



**SKRIPSI-SK141501**

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS  
KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN 2(4-  
KLOROFENIL)4,5-DIFENIL-1*H*-IMIDAZOL**

**FITRIE DWI LESTARI  
NRP 1412100004**

**Dosen Pembimbing I  
Drs. Agus Wahyudi, MS.**

**Dosen Pembimbing II  
Dr. Fahimah Martak, M.Si**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**



**SCRIPT-SK141501**

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF  
COPPER(II) COMPLEXES WITH 2(4-  
CHLOROPHENYL)4,5-DIPHENYL-1H-  
IMIDAZOLE LIGAND**

**FITRIE DWI LESTARI  
NRP 1412100027**

**Supervisor I  
Drs. Agus Wahyudi, MS.**

**Supervisor II  
Dr. Fahimah Martak, M.Si**

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS  
KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN 2(4-  
KLOROFENIL)4,5-DIFENIL-1*H*-IMIDAZOL**

**SKRIPSI**

Disusun Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh  
Gelar Sarjana Program Studi S-1  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

Disusun Oleh:

**FITRIE DWILESTARI**  
**NRP 1412100004**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**

LEMBAR PENGESAHAN

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS  
KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN 2(4-  
KLOROFENIL)4,5-DIFENIL-1H-IMIDAZOL**

**SKRIPSI**


Disusun Oleh


**FITRIE DWI LESTARI**  
**NRP 1412 100 004**

Surabaya, 22 Juli 2016

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

  
**Drs. Agus Wahyudi, MS.**  
**NIP. 19600815 198803 1 004**

  
**Dr. Fahimah Martak, M.Si**  
**NIP. 19660703 199102 2 001**



Mengetahui :  
Ketua Jurusan Kimia,  
  
**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.**  
**NIP. 19710616 199703 1 002**

# **SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN 2(4-KLOROFENIL)-4,5-DIFENIL-1H- IMIDAZOL**

**Nama : Fitrie Dwi Lestari**  
**NRP : 1412100004**  
**Pembimbing I : Drs. Agus Wahyudi, MS.**  
**Pembimbing II: Dr. Fahimah Martak, M.Si**

## **Abstrak**

Kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-Klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol telah berhasil disintesis dengan metode variasi kontinu. Kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-Klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol disintesis dari reaksi antara  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan ligan 2(4-Klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol. Rendemen hasil sintesis kompleks didapatkan 57,89 %. Rumus molekul kompleks adalah  $[\text{Cu(II)}-(\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{Cl})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan kompleks berwarna hijau. Hal ini diperkuat dengan hasil karakterisasi CHN *analyzer* dan SSA yang menyebutkan bahwa kadar (%) unsur C, H, N dan Cu yang sesuai dengan perhitungan teoritis. Rumus molekul ini juga diperkuat dengan hasil analisis TGA yang menunjukkan adanya air kristal dalam kompleks yang terbentuk. Hasil uji toksitas senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dihasilkan  $\text{LC}_{50}$  sebesar 213,8 ppm.

**Kata Kunci:** *Kompleks Cu(II), Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil 1H-imidazol , Metode Variasi Kontinu, Toksisitas.*

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF COPPER(II)  
COMPLEXES WITH 2(4-CLOROPHENYL)-4,5-  
DIPHENYL-1H-IMIDAZOLE LIGAND**

**Name** : Fitrie Dwi Lestari  
**NRP** : 1412100004  
**Supervisor I** : Drs. Agus Wahyudi, MS.  
**Supervisor II** : Dr. Fahimah Martak, M.Si

**Abstract**

Cu(II) complexes with 2(4-clorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole ligand had been successfully synthesized. Complex cooper(II) with 2(4-clorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole was synthesized from reaction between  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  and 2(4-clorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole ligand. Compound of synthesized as complexes has yield 57,89 %. Molecule formula complex is  $[\text{Cu}(\text{II})-(\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{Cl})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  and the colour of complex is green. This molecule formula has know from the assay result (%) of CHN analyzer and AAS that same with calculation theory. TGA showed that there is crystal water on this complex compound. Toxicity test result of Cu(II) complexes with 2(4-clorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole ligand is  $\text{LC}_{50}$  213,8 ppm.

**Keyword:** *Cu(II) complexes, 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol ligand , Continuous Variation Method, Toxicity.*

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b>	iv
<b>ABSTRAK</b>	vi
<b>KATA PENGANTAR</b>	viii
<b>DAFTAR ISI</b>	ix
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	xii
<b>DAFTAR TABEL</b>	xiii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	xiv
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b>	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Permasalahan	3
1.3 Tujuan penelitian	3
1.4 Manfaat	4
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	5
2.1 Kompleks Tembaga (II)	5
2.2 Senyawa kompleks Koordinasi	5
2.3 Imidazol dan turunannya	6
2.4 Kompleks Logam dengan Turunan Imidazol	7
2.5 Karakterisasi	8
2.5.1 Spektroskopi Infra Merah (IR)	8
2.5.2 Analisa TGA	11
2.5.3 Spektrofotometer Uv-Vis	12
2.5.4 Kromatografi Lapis Tipis	12
2.5.5 Spektroskopi NMR	14
2.5.6 Uji Toksisitas Metode BSLT	16

<b>BAB III. METODOLOGI PERCOBAAN</b>	17
3.1 Alat dan Bahan	17
3.1.1 Alat	17
3.1.2 Bahan	17
3.2 Prosedur penelitian	18
3.2.1 Sintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	18
3.2.2 Analisis Spektroskopi IR Ligan	18
3.2.3 Analisa Spektroskopi <sup>1</sup> H-NMR	19
3.3 Sintesis Kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	19
3.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Logam-Ligan	19
3.3.2 Optimasi pH Pembentukan Kompleks	19
3.3.3 Penentuan Perbandingan Logam dan Ligan dalam Kompleks dengan Variasi Kontinu	19
3.3.4 Sintesis Kompleks	20
3.3.5 Analisa Spektrofotometer UV-Vis Kompleks	21
3.3.6 Analisa Mikro CHN Kompleks	21
3.3.7 Analisis Spektroskopi Serapan Atom Kompleks	21
3.3.8 Analisis TGA Kompleks	22
3.3.9 Analisis Spektrofotometer FTIR Kompleks	22
3.3.10 Uji Toksisitas Kompleks	22
<b>BAB IV. HASIL dan PEMBAHASAN</b>	25
4.1 Sintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	25
4.1.1 Analisis Spektrofotometer IR Ligan	33
4.1.2 Analisis <sup>1</sup> H NMR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	36
4.2 Sintesis Kompleks	37
4.2.1 Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks	37



4.2.2	Pengaruh Optimasi pH Pembentukan Kompleks	38
4.2.3	Penentuan Rumus Senyawa Kompleks dengan metode variasi Kontinu	39
4.3	Sintesis Kompleks	41
4.3.1	Analisis Spektrofotometri UV-Vis Kompleks	42
4.3.2	Analisis Mikro Unsur CHN	43
4.3.3	Analisis Kadar Ion Logam Cu (II) dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	44
4.3.4	Analisis TGA Kompleks	45
4.3.5	Analisis Spektrofotometer FTIR Kompleks	46
4.3.6	Prediksi Struktur	48
4.3.7	Uji Toksisitas BSLT Kompleks	50
<b>BAB V.</b>	<b>KESIMPULAN dan SARAN</b>	53
5.1	Kesimpulan	53
5.2	Saran	53
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>		55
<b>BIODATA PENULIS</b>		77

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Frekuensi Vibrasi Infra Merah	10
Tabel 2.2	Nilai pergeseran kimia pada $^1\text{H}$ -NMR	15
Tabel 2.3	Nilai pergeseran kimia pada $^{13}\text{C}$ -NMR	15
Tabel 2.4	Data proton NMR 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol yang telah dilaporkan sebelumnya	15
Tabel 4.1	Pergeseran kimia ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol ditunjukkan	37
Tabel 4.2	Hasil Panjang Gelombang Maksimum dari Perbandingan Mol Logam dan Ligan	38
Tabel 4.3	Perbandingan Komposisi Unsur C, H, N secara eksperimen dan teoritis	43
Tabel 4.4	Perbandingan Komposisi Unsur C, H, N dan logam Cu secara eksperimen dan Teoritis	44

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Imidazol	6
Gambar 2.2	Struktur Senyawa Kompleks yang berpotensi sebagai aktivitas analgesik	7
Gambar 2.3	Skema alat Spektroskopi Inframerah	9
Gambar 2.4	Tipe Kurva TGA 3 tahap dan 2 tahap	11
Gambar 4.1	Sintesis Ligan 2(4-klorofenil-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	26
Gambar 4.2	Hasil Monitoring Uji KLT dari campuran reaksi	27
Gambar 4.3	Hasil sintesis 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	28
Gambar 4.4	Hasil Uji KLT tiga eluen	29
Gambar 4.5	Hasil Uji KLT 2D Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	30
Gambar 4.6	Mekanisme reaksi pembentukan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	33
Gambar 4.7	Hasil Analisis FTIR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	34
Gambar 4.8	Hasil Analisa <sup>1</sup> H NMR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol	36
Gambar 4.9	Pengaruh pH pada Pembentukan Senyawa Kompleks	39
Gambar 4.10	Grafik Variasi Kontinu	40
Gambar 4.11	Kristal Kompleks	41
Gambar 4.12	Spektra UV-Vis Senyawa Kompleks dan Logam CuCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	42
Gambar 4.13	Kurva TGA Kompleks	46
Gambar 4.14	Hasil Analisa FTIR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol dan Kompleks	47
Gambar 4.15	Prediksi Struktur Senyawa Kompleks	48
Gambar 4.16	Hibridisasi Molekul Senyawa Kompleks	49
Gambar 4.17	Grafik Ploting Antara log konsentrasi dengan % kematian	51

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	63
Lampiran 1. Skema Kerja	63
Lampiran 2. Spektrum FTIR Ligan	67
Lampiran 3. Spektrum $^1\text{H}$ NMR Ligan	68
Lampiran 4. Kurva TGA Kompleks	69
Lampiran 5. Perhitungan Kadar Unsur Logam Kompleks	70
Lampiran 6. Perhitungan Teoritis Prosentase Unsur	73
Lampiran 8. Perhitungan Nilai $\text{LC}_{50}$ Metode BSLT	75

## **BAB III**

### **METODOLOGI PERCOBAAN**

Metodologi dalam penelitian ini terdiri dari dua tahapan reaksi yaitu sintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5difenil-1*H*-imidazol dan sintesis senyawa kompleks. Sintesis ligan dilakukan pada kondisi di bawah atmosfer gas nitrogen (N<sub>2</sub>) dan senyawa kompleks disintesis dengan metode refluks. Senyawa kompleks hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektrofotometri serapan atom (SSA), spektrofotometer FTIR, spektrofotometer UV-Vis, analisis unsur CHN, *Hydrogen Nuclear Magnetic Resonance* (<sup>1</sup>H NMR), Termogravimetri (TGA). Kompleks diuji toksisitas dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.

### **3.1. Alat dan bahan**

#### **3.1.1. Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, mikropipet, propipet, pipet volume, plat KLT, pengaduk, kondensor, alat refluks, desikator vakum, labu leher tiga, vial, kertas saring whatman, pH meter, *hotplate magnetic stirrer*, dan neraca analitik. Instrument yang digunakan antara lain spektrofotometer Inframerah (FTIR) Shimadzu IR 8400S di Laboratorium Instrumen Kimia ITS, spektrofotometer serapan atom (SSA) ZEEnit 700 di Laboratorium Instrumen Kimia ITS, <sup>1</sup>H NMR JEOL resonance 400 MHz di Institut Teknologi Bandung, *elemental analyzer* Thermo Finnigan EA 1112 dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Pangan Universitas Kebangsaan Malaysia, spektrofotometer UV-Vis Genesys 10S di Laboratorium Fundamental Jurusan Kimia ITS, dan TGA/DTA Mettler Toledo di Laboratorium Energi ITS Surabaya.

#### **3.1.2. Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah 1,2difeniletana-1,2-dion (benzil C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>), amonium asetat (NH<sub>4</sub>OAc), asam asetat glasial (CH<sub>3</sub>COOH), metanol, *p*-klorobenzaldehid (4-klorobenzaldehid C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>Cl), etil asetat

(EA), asam nitrat, *n*-heksana (NH), petrolium eter (PE), metilen klorida (MC),  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , gas nitrogen ( $\text{N}_2$ ), telur udang *Artemia salina* dan air laut.

## **3.2. Prosedur penelitian**

### **3.2.1. Sintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol**

Sintesis ligan diadopsi dari prosedur yang telah dilaporkan oleh Abhishek dkk. (2010). Benzil disintesis dengan melarutkan 2,1012 gram (0,01 mol) dan 7,708 gram (0,1 mol) amonium asetat dalam 25 ml asam asetat glasial ke dalam labu tiga leher. Campuran diaduk dengan stirer pada suhu 80-100 °C selama 1 jam. Selama reaksi berlangsung pada labu tiga leher, dialiri gas nitrogen. Setelah reaksi berlangsung selama 1 jam, 1,4051 gram (0,01 mol) *p*-klorobenzaldehid dalam 5 ml asam asetat dimasukkan tetes demi tetes secara perlahan selama 15-20 menit pada suhu 80-100 °C, kemudian diaduk selama 4 jam. Reaksi dipantau dengan uji KLT setiap 30 menit menggunakan etil asetat:*n*-heksan sebagai eluen. Setelah reaksi selesai, campuran dituang ke atas es 200 gram yang telah dihancurkan. Endapan yang diperoleh disaring dan dicuci dengan air dingin kemudian dikeringkan dengan vakum. Produk yang dihasilkan selanjutnya direkrystalisasi tiga kali dengan etil asetat agar didapatkan produk dengan kemurnian tinggi.

### **3.2.2. Analisis Spektroskopi Inframerah Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol**

Karakterisasi ligan hasil sintesis dengan spektroskopi inframerah bertujuan untuk mengamati gugus fungsi ligan. Spektroskopi infra merah yang digunakan ialah spektrofotometer SHIMADZU FTIR 8400S. Pengukuran diawali dengan pembuatan pelet, dimana 10 mg cuplikan dicampur dengan 100 mg KBr, kemudian dimasukkan ke dalam press holder. Sampel selanjutnya ditekan beberapa saat hingga ketebalan pelet menjadi 0,05 mm. Pelet tersebut selanjutnya diukur pada bilangan gelombang 4000-375  $\text{cm}^{-1}$ .

### **3.2.3. Analisa Spektroskopi resonansi magnetik inti (*Nuclear Magnetic Resonance*) $^1\text{H-NMR}$**

Hasil karakterisasi spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  memberikan informasi untuk mengetahui lingkungan proton pada ligan, sehingga diketahui jenis dan jumlah proton pada ligan.

## **3.3. Sintesis Kompleks Cu (II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol**

### **3.3.1. Penentuan Panjang Gelombang Logam-Ligan**

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan sebelum sintesis kompleks. Garam  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan ligan, masing-masing dilarutkan dalam metanol dengan perbandingan mol logam : ligan yaitu 1:1, 1:2 dan 1:3, kemudian diukur panjang gelombang maksimum masing-masing pada daerah panjang gelombang 400-700 nm menggunakan spektrofotometer UV-VIS. Penentuan panjang gelombang maksimum pada senyawa kompleks digunakan untuk menentukan stokiometri antara ion logam Cu(II) dengan ligan melalui metode variasi kontinu.

### **3.3.2. Optimasi pH Pembentukan Senyawa Kompleks**

Pengaruh pH pada pembentukan kompleks telah dilaporkan oleh Nur dan Irmira (2010) untuk mengetahui pH optimum. Larutan  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0,01 M ditambahkan dengan larutan ligan 0,01 M dalam pelarut metanol. Larutan tersebut dimasukkan dalam gelas beaker. Analisis pengaruh pH dilakukan dengan penambahan NaOH dan HCl untuk mencapai variasi pH 2, 4, 6, 8, 10, 12. Setiap larutan pada pH yang dikehendaki diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum senyawa logam-ligan. Data diplot antara pH dan absorbansi untuk menentukan nilai pH optimum.

### **3.3.3. Penentuan Perbandingan Logam dan Ligan dalam Kompleks dengan Variasi Kontinu**

Penentuan perbandingan logam dan ligan dalam kompleks dilakukan dengan metode variasi kontinu, yakni dengan memvariasikan rasio ligan dan logam yang akan disintesis namun

konsentrasinya tetap. Larutan  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0,01 M dan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol 0,01 M divariasikan dengan perbandingan: (10:0), (9:1), (8:2), (7:3), (6:4), (5:5), (4:6), (3:7), (2:8), (1:9), dan (0:10). Masing-masing campuran dengan perbandingan tersebut kemudian dimasukkan dalam gelas kimia dan diaduk dengan stirer selama 30 menit. Larutan lalu diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Perbandingan ligan dan logam yang diperoleh dengan membuat absorbansi sebagai fungsi dari fraksi mol ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol. Setiap larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum kompleks. Hasil dari variasi kontinu dibuat kurva dan garis singgung antara fraksi mol terhadap absorbansi.

### **3.3.4. Sintesis Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol**

Sintesis senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dilakukan dengan metode refluks. Sintesis kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dilakukan dengan menggunakan seperangkat alat refluks. Garam  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,0426 gram (0,25 mmol) ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam labu bundar dan ditambahkan 15 mL metanol sambil diaduk dengan stirer pada suhu ruang hingga larut. Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol ditimbang sebanyak 0,1653 gram (0,5 mmol) kemudian dimasukkan ke dalam beker gelas dan ditambah dengan 15 mL metanol dan diaduk hingga larut. Perbandingan yang digunakan pada sintesis kompleks adalah 1:2 untuk perbandingan logam:ligan sesuai dengan hasil metode variasi kontinu. Setelah ligan larut, ligan dimasukkan tetes demi tetes ke dalam labu bundar yang berisi logam sambil diaduk dengan stirer pada suhu ruang. Campuran reaksi direfluks pada suhu 60-80 °C selama 24 jam, kemudian larutan dimasukkan ke dalam desikator dan didiamkan selama beberapa hari hingga terbentuk kristal. Kristal disaring dan dikeringkan, kemudian ditimbang dan dilakukan analisa lebih lanjut.



### 3.3.5. Analisis Spektrofotometer Uv-Vis Kompleks

Analisis Spektrofotometer Uv-Vis digunakan untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang antara logam dan kompleks.  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan kompleks dilarutkan dengan metanol dalam konsentrasi yang sama. Larutan logam dan kompleks yang telah homogen diukur dengan spektrofotometer Uv-Vis pada rentang panjang gelombang 400-700 nm.

### 3.3.6. Analisis Mikro Unsur C,H dan N Kompleks

Alat analisis mikro unsur CHNS distandarisasi terlebih dahulu sebelum digunakan dengan *L-Cistein Standard* ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$ , C= 29,99%, H= 5,03%, N= 11,66%, S= 26,69% dan O=26,63%). Kompleks sebanyak 2,8 mg ditempatkan pada aluminium foil dan dimasukkan dalam pelat berlubang untuk dilakukan pembakaran dengan gas oksigen. Alat mikrounsur selanjutnya dijalankan dan komposisi unsur C, H, N, S yang terkandung pada senyawa dapat diidentifikasi.

### 3.3.7. Analisis Spektroskopi Serapan Atom Kompleks

Analisis ini dibagi dua tahap yaitu persiapan larutan standart dan persiapan larutan sampel. Analisis dilaksanakan untuk mengetahui kadar tembaga pada senyawa kompleks yang telah disintesis. Analisis SSA menggunakan larutan standar  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan 7 titik, yakni 0 ppm, 1 ppm, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm. Larutan standart tembaga dibuat dengan melarutkan 0,026 gram  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan aquades dan ditambahkan 2 ml HCl pekat dalam labu ukur 100ml. Penambahan aquades sampai tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 100 ppm. Larutan standart tembaga dibuat dengan konsentrasi 0, 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm dengan cara mengambil 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml dari larutan standart 100 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml, kemudian diencerkan dengan aquades yang telah ditambah dengan 1 ml HCl pekat sampai tanda batas.

Larutan kompleks 100 ppm disiapkan dengan menimbang 0,005 gram kompleks selanjutnya ditambah dengan 3 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan dilarutkan dalam aquades hingga tanda batas labu ukur 10 mL. Pengenceran larutan kompleks mejadi 10 ppm diambil dari

larutan 100 ppm sebanyak 5 ml ditambahkan 1 ml  $\text{HNO}_3$  ditambahkan dengan aquades sampai tanda tera ke dalam labu ukur 50 ml dan larutan siap untuk diuji SSA.

### 3.3.8. Analisa Termogravimetri (TGA) Kompleks

Analisis TGA dilakukan pada keadaan inert dibawah aliran gas  $\text{N}_2$  dengan suhu 25 – 500 °C dengan rentang kenaikan suhu sebesar 10 °C per menit. Sebanyak 10-15 mg sampel diletakkan pada krusibel kemudian ditimbang massanya selama pemanasan. Hasil dari analisis TGA diterima komputer kemudian dibuat kurva dengan cara diplotkan dengan sumbu Y sebagai berat dan temperatur material referensi pada sumbu X.

### 3.3.9. Analisis Spektrofotometer Infra merah Kompleks

Karakterisasi kompleks hasil sintesis dengan spektroskopi inframerah bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi pada spektrum inframerah. Spektroskopi infra merah yang digunakan ialah spektrofotometer SHIMADZU FTIR 8400S. Pengukuran dilakukan dengan pembuatan pelet, 10 mg sampel dicampur dengan 100 mg KBr, kemudian dimasukkan ke dalam press holder, sampel selanjutnya ditekan beberapa saat hingga hingga membentuk pelet dengan ketebalan 0,05 mm. Pelet tersebut selanjutnya diukur pada bilangan gelombang 4000-375  $\text{cm}^{-1}$ .

### 3.3.10. Uji Toksisitas

#### a. Penetasan telur *Artemia salina*

Wadah disiapkan untuk penetasan telur udang. Di salah satu sisi wadah diletakkan lampu. Di dalam wadah diisi dengan air laut dan dibantu dengan aerasi. Telur udang dimasukkan ke dalam wadah, dan lampu dinyalakan selama 48 jam untuk menetas telur

#### b. Persiapan larutan kompleks

Larutan stok kompleks dibuat dengan konsentrasi 1000 ppm dengan sedikit metanol dan ditambahkan aquades hingga tanda tera pada labu ukur 100 ml. Prinsip pengenceran dari larutan stok kompleks 1000 ppm menjadi 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm dan 250 ppm. Disiapkan 0 ppm tanpa penambahan sampel hanya air laut sebagai kontrol.

c. Uji toksisitas

Larutan kompleks disiapkan dengan konsentrasi 50 ppm, 100 pm, 150 ppm, 200 ppm dan 250 ppm masing-masing 100  $\mu$ L dalam wadah uji *microwell plate*. 100  $\mu$ L air laut dan 10 ekor larva udang ditambahkan ke dalam setiap konsentrasi. Setiap konsentrasi larutan dilakukan tiga kali pengulangan (triplo). Larutan dibiarkan selama 24 jam, kemudian jumlah larva yang mati dan masih hidup dihitung dari tiap lubang. Dari data yang didapat % kematian dihitung dengan cara akumulasi mati dibagi dengan jumlah akumulasi hidup dan mati (total) dikali 100 % persamaan % kematian dapat dilihat di persamaan 2.1.

***“Halaman ini Sengaja Dikosongkan”***

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1. Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

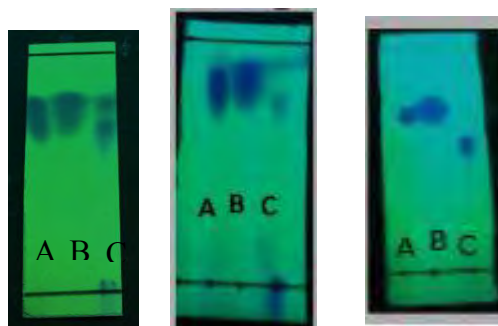
Sintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol mengadopsi prosedur yang telah dilaporkan Jain dkk. (2010). Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol disintesis dengan mereaksikan (2,1023 gram; 10 mmol) 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil) dengan ammonium asetat (7,708 gram; 10 mmol) ke dalam pelarut asam asetat glasial 25 ml. Benzil berfungsi sebagai prekursor awal dalam sintesis ligan, dimana sifat fisik benzil berwujud padat dan berwarna kuning. Ammonium asetat berfungsi sebagai sumber nitrogen untuk pembentukan struktur dasar imidazol, dimana sifat fisik ammonium asetat berwujud padat dan bersifat higroskopis. Pelarut asam asetat glasial digunakan karena dapat melarutkan benzil dan ammonium asetat dengan sempurna. Asam asetat glasial berwujud cair dan berbau menyengat. Campuran direfluks pada temperatur 80-100 °C selama 1 jam dengan mengalirkan gas nitrogen selama proses refluks berlangsung. Alat refluks digunakan agar selama reaksi pelarut tidak habis bereaksi dan larutan menjadi jenuh. Reaksi juga dialiri gas nitrogen untuk mendapatkan kondisi reaksi dalam keadaan bebas oksigen. Pemanasan dilakukan untuk mempercepat proses tumbukan antar molekul sehingga reaksi dapat berjalan lebih cepat.

Dalam pelarut asam asetat glasial, larutan amonium asetat terurai menjadi ion amonium ( $\text{NH}_4^+$ ) dan ion asetat ( $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ). Proton dari  $\text{NH}_4^+$  akan memprotonasi gugus karbonil yang terdapat pada benzil dan  $:\text{NH}_3$  bertindak sebagai nukleofil. Berikut diberikan Gambar 4.1 alat refluks pada sintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol.



Gambar 4.1. Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H* Imidazol dengan alat refluks

Setelah reaksi berlangsung selama 1 jam dimana keadaan benzil telah larut sempurna (homogen) 4-klorobenzaldehid (1,4051 gram; 10 mmol) ditambahkan dalam 5 ml asam asetat glasial. Asam asetat glasial dapat melarutkan sempurna 4-klorobenzaldehid. 4-klorobenzaldehid berwujud padat dan berwarna putih. Larutan 4-klorobenzaldehid ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam campuran selama 15-20 menit. 4-klorobenzaldehid merupakan sumber gugus klorofenil yang diikat oleh imidazol dimana juga mengikat dua gugus fenil dari benzil. Larutan direfluk kembali selama 4 jam dengan monitoring uji KLT menggunakan eluen n-heksan:etil asetat= 3:1 setiap 30 menit. Monitoring uji KLT dilakukan terhadap tiga titik yaitu benzil, 4-klorobenzaldehid, dan produk. Monitoring tiga titik ini dilakukan untuk mengetahui bahwa produk telah terbentuk, ditandai dengan adanya satu noda yang tidak sejajar antara benzil dan 4-klorobenzaldehid, serta terdapat perbedaan nilai  $R_f$  dari ketiga titik noda yang dihasilkan pada plat KLT. Gambar 4.2 adalah hasil monitoring uji KLT setiap 30 menit sebagai berikut.



Gambar 4.2. Hasil Monitoring Uji KLT setiap 30 menit.  
(A=Benzil; B=Klorobenzaldehid; C= Produk).

Gambar 4.2 pada menit ke 30 pertama kondisi noda pada produk masih sejajar dengan benzil dan subsituent, menit ke 90 noda benzil, klorobenzaldehid, dan produk tampak sejajar dan noda produk masih tertinggal di bawah yang menandakan produk belum terbentuk. Menit ke 210 perubahan jelas terjadi pada produk dimana noda tidak sejajar dengan noda prekursor, sehingga menit 210 produk sudah terbentuk dan refluks dihentikan.

Pada awal reaksi warna campuran berwarna kuning cerah, setelah reaksi selesai larutan didinginkan pada temperatur ruang. Larutan didiamkan hingga terbentuk endapan. Endapan yang terbentuk berwarna putih. Endapan yang terbentuk sebelumnya ditambahkan air dingin, penambahan air dingin dimaksud untuk memisahkan ligan dengan pengotornya. Campuran disaring dengan corong pisah untuk memisahkan endapan dengan filtrat. Endapan tersebut kemudian dikeringkan dalam desikator vakum untuk menghilangkan air yang masih terikat pada endapan. Endapan yang telah kering di rekristalisasi dengan etil asetat sebanyak tiga kali. Rekristalisasi berfungsi untuk menghasilkan senyawa murni (Abhishek, 2010).

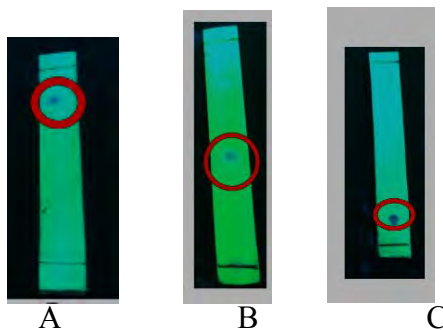
Senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yang sudah direkristalisasi selanjutnya dikeringkan dan kemudian ditimbang untuk dihitung rendemen yang didapatkan. Hasil rendemen ligan yang didapatkan sebesar 59,97%. Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol berwarna putih ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Hasil Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol selanjutnya diuji kemurniannya dengan kromatografi lapis tipis menggunakan 3 eluen yang berbeda. Fungsi KLT dengan melihat tiga posisi di atas adalah untuk mengetahui pengotor dari bawah hingga atas plat KLT. Fungsi dari KLT adalah untuk mengetahui kemurnian suatu senyawa untuk diidentifikasi senyawa organik dari berbagai reaksi (Sanjeet dkk., 2013). Hasil KLT ditunjukkan pada Gambar 4.4.





Keterangan :

A

B

C

A: KLT 1 = (n-heksana : etil asetat = 8:2)

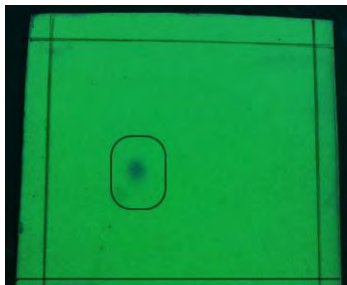
B: KLT 2 = (n-heksana : metilen klorida = 3:2)

C: KLT 3 = (Kloroform : n-heksana = 1:2)

Gambar 4.4 Hasil Uji KLT Tiga Eluen

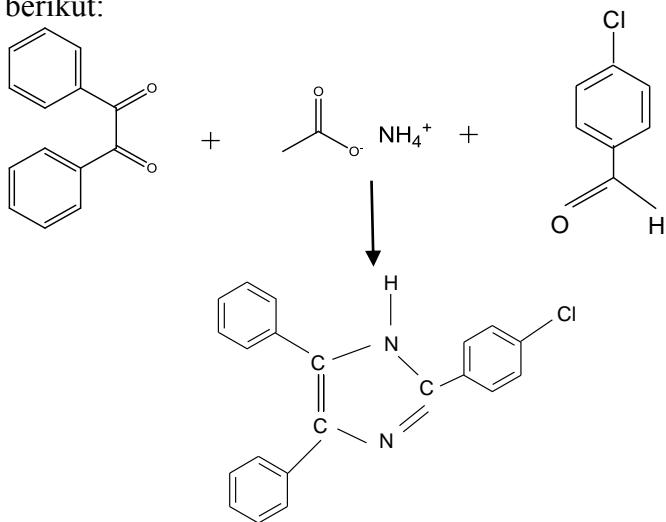
Gambar 4.4 tampak bahwa tiga eluen yang berbeda menghasilkan satu noda tunggal, hal ini mengindikasikan senyawa yang terbentuk hanya satu senyawa saja. Hasil rekristalisasi sebanyak tiga kali tersebut dapat memurnikan senyawa dari pengotor. Hasil uji KLT dengan tiga eluen berbeda setelah didapatkan satu noda, dilanjutkan dengan kromatografi lapis tipis 2D.

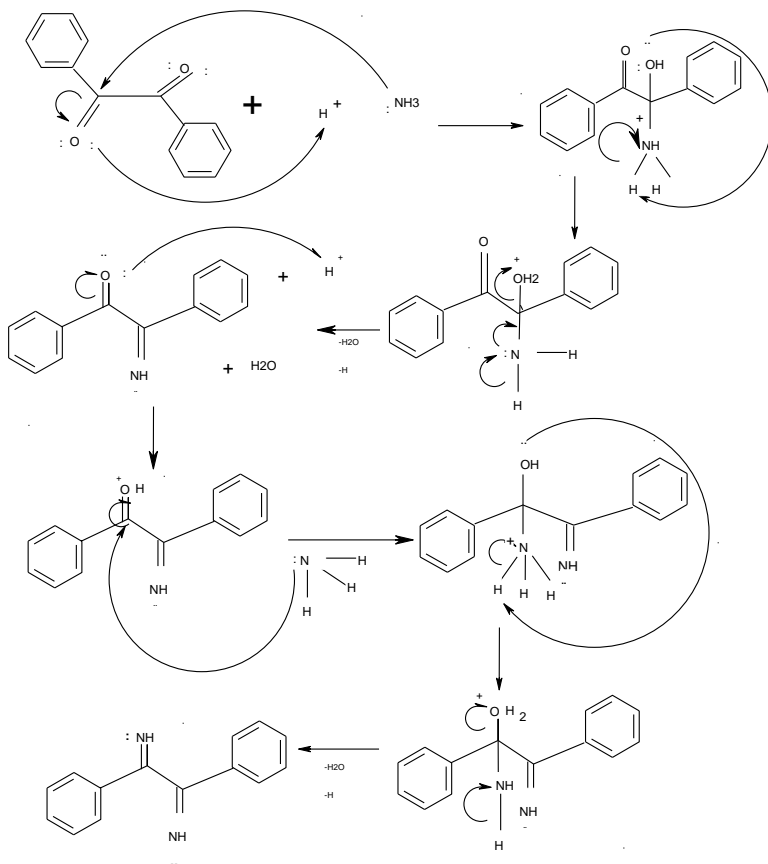
Kromatografi lapis tipis 2D dilakukan untuk lebih memastikan bahwa ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yang telah disintesis sudah murni. Hasil KLT 2D didapatkan noda tunggal yang menunjukkan bahwa senyawa telah murni. Hasil uji titik leleh sampel diperoleh 121°C yang sesuai dengan jurnal Jain dkk., 2010 dimana titik leleh senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol adalah berkisar 118-122 °C. Hasil KLT 2D ditunjukkan pada Gambar 4.5.

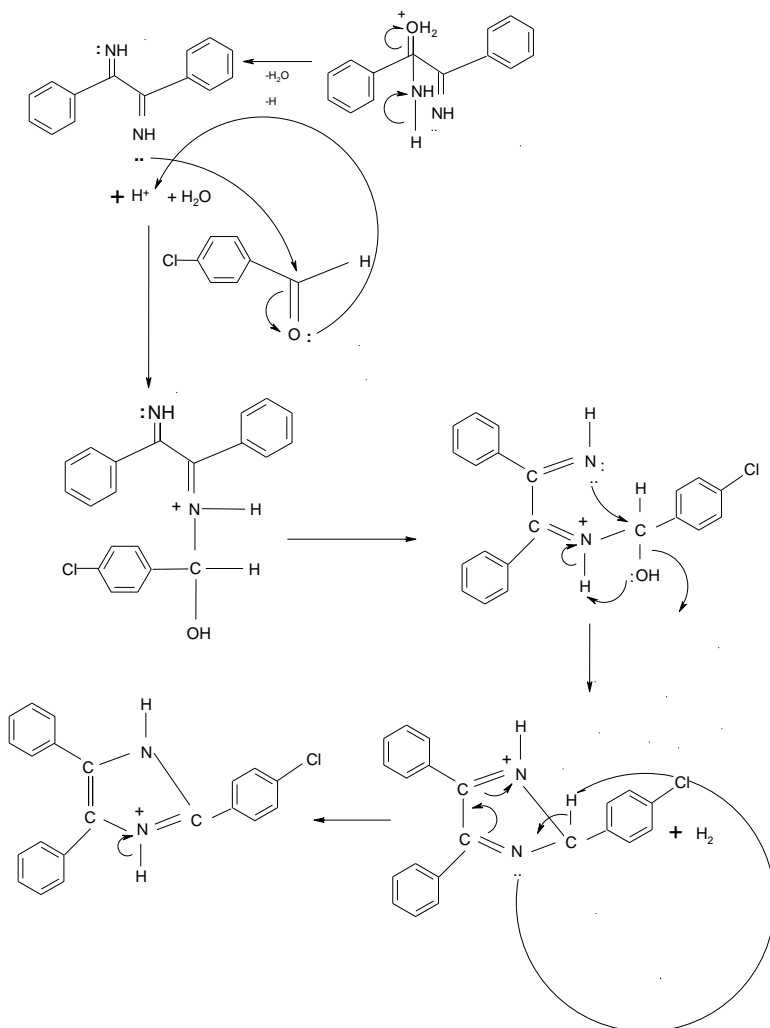


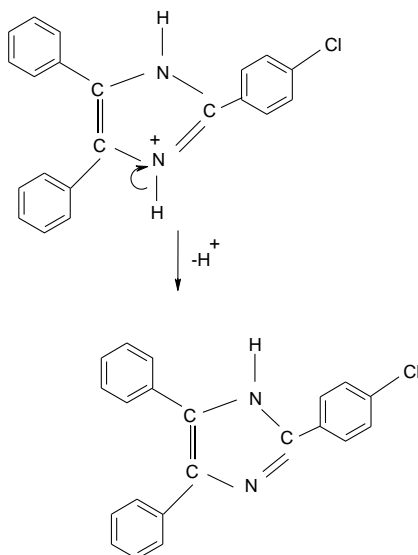
Gambar 4.5. Hasil KLT 2D Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Pada Gambar 4.5 uji kromatografi lapis tipis 2D mengkonfirmasi bahwa senyawa telah murni dan hanya terdapat satu senyawa tunggal. Reaksi pembentukan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol diduga mengikuti mekanisme yang ditunjukkan pada Gambar 4.6 sebagai berikut:







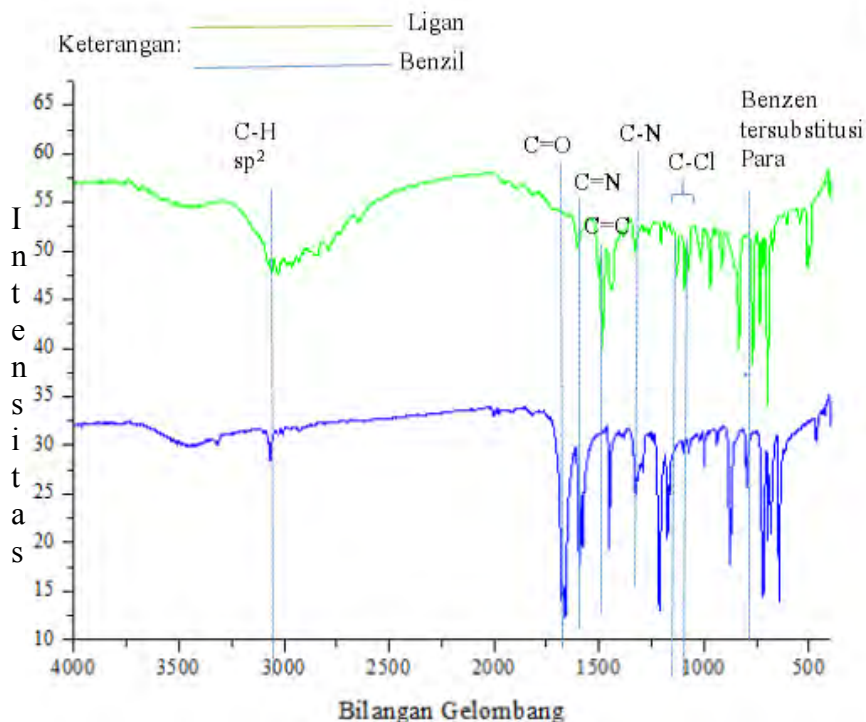


Gambar 4.6 Mekanisme reaksi pembentukan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

#### 4.1.1. Analisis Spektrofotometer Infra Merah Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol setelah di uji tiga noda kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR. Analisa spektrofotometer infra merah berfungsi untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang ada pada sampel. Prekursor awal pembentuk ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yaitu 1,2-difeniletana-1,2-dion memiliki karakteristik spesifik yang sama, yaitu sama-sama terdapat gugus karbonil. Gugus karbonil tersebut ditunjukkan dengan adanya gugus keton dan aldehid. Gugus aldehid pada spektra FTIR terdapat pada panjang gelombang antara 1700-1800 cm<sup>-1</sup>. Diasumsikan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol terbentuk ditandai dengan hilangnya gugus karbonil.

Spektra pada Gambar 4.7 merupakan spektra ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol telah terbentuk dengan adanya perbedaan puncak dari senyawa benzil sebagai prekursor dan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol sebagai senyawa target. Perbedaan yang nyata terlihat yaitu hilangnya puncak sekitar 1700-1800  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan khas gugus fungsi C=O (karbonil).



Gambar 4.7. Hasil analisis FTIR ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol juga memiliki karakteristik khusus yaitu adanya struktur imidazol yang mengikat tiga substituen. Diperkuat dengan adanya

ikatan C=C aromatik pada daerah sekitar  $1485,24\text{ cm}^{-1}$ . Serta adanya ikatan C=N imidazol pada daerah sekitar  $1600,97\text{ cm}^{-1}$ . Menurut Warsi, dkk (2013) telah melaporkan sintesis 4-hidroksi-4-klorobenzaldehid dari p-hidroksibenzaldehid dan gas  $\text{Cl}_2$  setelah dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR rentangan C-Cl aromatik ditunjukkan dengan adanya dua puncak serapan kuat yang identik pada bilangan gelombang  $1296,2$  dan  $1226,7\text{ cm}^{-1}$ . Sintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol gugus C-Cl dengan puncak serapan yang identik muncul pada serapan  $1128,39$  dan  $1091,75\text{ cm}^{-1}$ .

Struktur ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol pada panjang gelombang  $3028,34\text{ cm}^{-1}$  terdapat gugus CH  $\text{sp}^2$  yang menjelaskan adanya substituent aromatik yang berasal dari fenil. Panjang gelombang  $1327,07\text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasi gugus C-N amina, serta panjang gelombang  $1485,24\text{ cm}^{-1}$  yang mengidentifikasi gugus C=C aromatik. Gugus N-H (amina sekunder) yang bertetangga dengan aromatik sering tidak muncul dalam spektra IR, sebab amina sekunder mengalami *bending* dengan aromatik sehingga intensitas serapan muncul sangat kecil dan energi yang dihasilkan di bawah  $2000\text{ cm}^{-1}$ . Daerah *finger print* pada bilangan gelombang  $769,62$ - $835,21\text{ cm}^{-1}$  menjelaskan adanya benzen tersubstitusi posisi para.

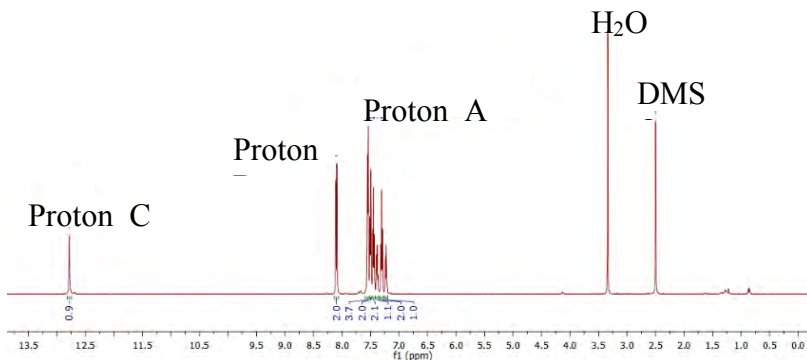
Hasil analisis FTIR dari senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol tidak berbeda jauh dengan penelitian sebelumnya, dimana puncak-puncak khas muncul pada bilangan gelombang  $3054,8$ ;  $1594,6$ ;  $1092,9$ ;  $771,9\text{ cm}^{-1}$  (Jain *et al*, 2010). Spektra infra merah ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol ditunjukkan pada Gambar 4.7.

#### 4.1.2 Analisis $^1\text{H}$ NMR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Analisis  $^1\text{H}$  NMR berfungsi untuk mengetahui lingkungan proton pada ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-

Imidazol, sehingga diketahui jenis dan jumlah proton pada ligan. Pergeseran kimia ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol ditunjukkan pada Gambar 4.8

I  
n  
t  
e  
n  
s  
i  
t  
a  
s



Gambar 4.8. Hasil analisis  $^1\text{H}$  NMR ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Pelarut yang digunakan untuk karakterisasi  $^1\text{H}$  NMR adalah DMSO. Pada analisis tersebut menunjukkan adanya tiga sinyal yang menunjukkan adanya tiga jenis proton. Jumlah proton yang diidentifikasi dari total integrasi sinyal yaitu sebanyak 15 proton. Jumlah 15 proton relevan dengan jumlah proton pada ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol.

Proton A dengan integritas 12H (2Ar) pada pergeseran kimia sebesar 7,28-7,55 ppm dan multiplisitas multiplet menunjukkan proton dari dua gugus fenil yang mengikat imidazol.

Proton B daerah pergeseran 8,09-8,10 ppm dengan integritas 2H menunjukkan proton aromatik yang berada pada lingkungan kloro yang merupakan substituent dari gugus fenil, sehingga letaknya lebih *dowfield* dari proton A.

Proton C daerah pergeseran 12,78 ppm dengan integritas 1H dan multiplisitas singlet merupakan proton milik gugus N-H yang letaknya lebih downfield dibandingkan proton



A dan proton B. Berikut diberikan data pergeseran kimia ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Pergeseran kimia ligan 2(4-klorofenil)-4,5-1*H*-Imidazol

Proton	$\delta_H$ (ppm)	$\delta_H$ (ppm) (Jain, et al., 2010)
A	7,28-7,55 (m, 12H, Ar-H)	7,3-7,41 (m, 12H, Ar-H)
B	8,09-8,10 (d, 2H, Ar-H)	7,51-7,9 (m, 2H, Ar-H)
C	12,78 (s, 1H, N-H)	13,1 (s, 1H, N-H)

## 4.2. Sintesis Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

### 4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Sintesis kompleks Cu(II) dimulai dengan mencari panjang gelombang maksimal dengan mencampurkan garam  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan rasio mol yang tepat antara logam dan ligan agar menghasilkan kristal senyawa kompleks yang optimal. Logam dan ligan, masing-masing dilarutkan dalam metanol dengan perbandingan mol logam: ligan yaitu 1:1, 1:2, 1:3. Ketiga perbandingan tersebut diukur panjang gelombang maksimumnya dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada rentang panjang gelombang 400-700 nm.

Hasil analisis diperoleh bahwa panjang gelombang maksimum larutan logam dengan ligan adalah 510 nm pada perbandingan 1:2. Larutan logam ligan memiliki warna hijau, sehingga senyawa tersebut menyerap panjang gelombang warna komplementernya yaitu violet (495-570 nm). Hal ini

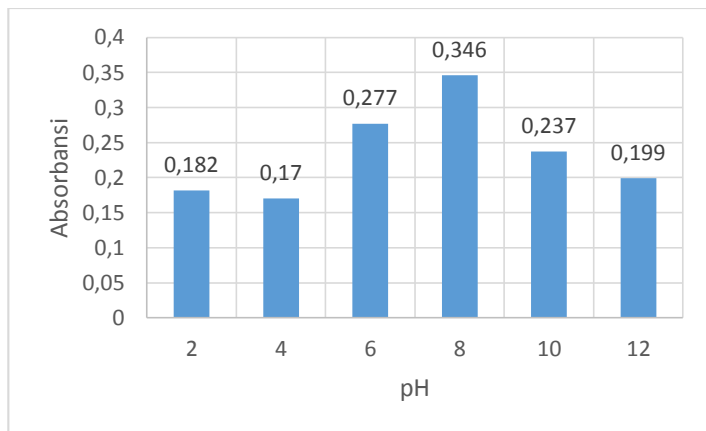
sesuai teori warna (Underwood dan Day, 2002) yang menyatakan bahwa suatu senyawa yang berwarna akan menyerap energi pada panjang gelombang warna komplementer senyawanya. Berikut diberikan data hasil panjang gelombang maksimum dari perbandingan mol logam dan ligan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Hasil Panjang Gelombang Maksimum dari perbandingan mol logam dan ligan

No.	Perbandingan Mol Logam:Ligan	Panjang Gelombang Maksimum (nm)
1	1:1	345
2	1:2	510
3	1:3	425

#### 4.2.2. Pengaruh Optimasi pH pada Pembentukan Senyawa Kompleks

Pembentukan senyawa kompleks dipengaruhi oleh beberapa faktor (Inczyedy, 1976). Faktor terpenting adalah pengaruh pH. Telah dilaporkan oleh Murwani (1994) bahwa perubahan pH mampu mempengaruhi stabilitas pembentukan senyawa kompleks. Oleh karena itu, dalam penelitian ini dilakukan pengamatan pengaruh pH terhadap pembentukan senyawa kompleks. Berikut diberikan Gambar 4.9 pengaruh pH pada pembentukan senyawa kompleks.

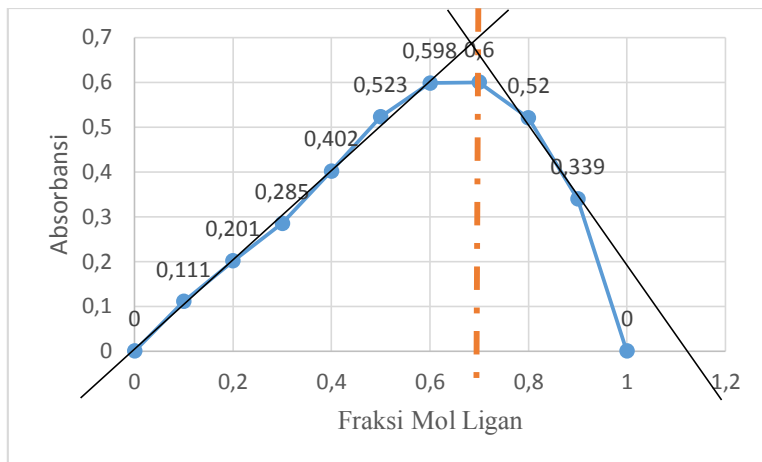


Gambar 4.9. Pengaruh pH pada Pembentukan Senyawa Kompleks

Gambar 4.9 menunjukkan pH optimum ditandai dengan absorbansi paling besar yang terdapat pada pH 8. Dilihat pada Gambar 4.9 nilai absorbansi pada pH optimum adalah 0,346. pH optimum 8 digunakan sebagai parameter selanjutnya untuk penentuan perbandingan logam dan ligan serta kondisi reaksi sintesis kompleks. Hal ini dapat disimpulkan bahwa senyawa kompleks mudah terbentuk dan bersifat stabil pada rentang pH yang cukup besar (Bhat dkk, 1965).

#### 4.2.3. Penentuan Rumus Senyawa Kompleks dengan Metode Variasi Kontinu

Jumlah ligan yang dapat diikat oleh logam pada suatu senyawa kompleks dapat diketahui melalui penentuan rumus senyawa kompleks dengan metode variasi kontinu (Sawyer, 1984). Rumus senyawa kompleks pada metode variasi kontinu didapatkan melalui pengamatan absorbansi dengan variasi komposisi logam dan ligan dalam jumlah mol yang sama. Hasil pengukuran absorbansi pada variasi komposisi logam-ligan tersebut dialurkan dalam kurva yang ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10. Grafik Variasi Kontinu

Gambar 4.10 menunjukkan alur absrobsansi terhadap fraksi mol ligan dibuat garis singgungnya melewati lereng di sebelah kiri dan di sebelah kanan puncak, sehingga diperoleh satu titik potong di atas puncak. Sebuah garis tegak lurus dengan sumbu-X ditarik dari titik potong kedua garis singgung tersebut sehingga didapatkan nilai fraksi mol tertentu yang merupakan fraksi mol saat kompleks Cu-ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol terbentuk.

Berdasarkan Gambar 4.10 diatas, titik potong terdapat pada fraksi mol ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol adalah 0,7. Hasil perpotongan tersebut kemudian dihitung fraksi mol logam yang dijelaskan dalam lampiran 1 bagian C. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa dua mol ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dapat berikatan dengan satu mol ion logam Cu(II). Perbandingan mol Cu(II) dan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol adalah 1:2 yang akan digunakan sebagai parameter untuk sintesis kompleks.

### 4.3. Sintesis Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

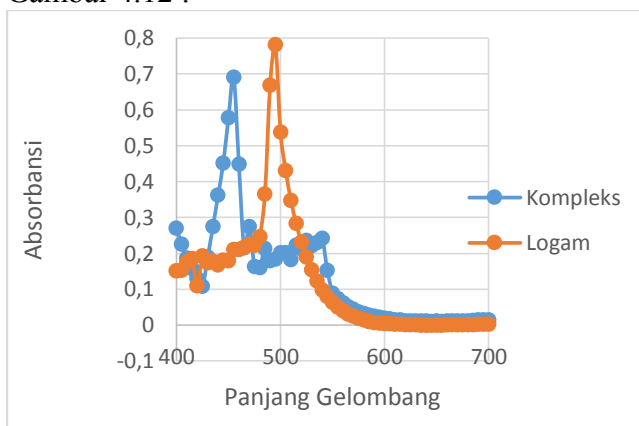
Sintesis kompleks diawali dengan mencampurkan larutan logam dan ligan dengan perbandingan 1:2 dari hasil variasi kontinu. Garam  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,0426 gram (0,25 mmol) dan 0,1653 gram (0,5 mmol) ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dilarutkan dalam pelarut metanol. Pelarut metanol digunakan karena dapat melarutkan dengan sempurna reaktan dan lebih mudah menguap dibandingkan dengan air. Larutan tersebut diatur pada pH optimum 8 dan direfluks selama 24 jam pada suhu 60-70 °C. Suhu tersebut digunakan karena metanol mempunyai titik didih sekitar 64,5 °C. Sintesis disertai dengan pengadukkan menggunakan magnetik stirer yang bertujuan untuk membuat campuran homogen sehingga dapat mempercepat reaksi pembentukan kompleks. Setelah reaksi selesai, campuran dimasukkan ke dalam gelas beaker, didiamkan dalam desikator sampai terbentuk kristal. Kristal yang telah tumbuh disaring dan selanjutnya dikarakterisasi lebih lanjut dengan AAS, CHN, IR, TGA, dan BSLT. Kristal hasil sintesis berwarna hijau tua ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11. Kristal Kompleks

### 4.3.1. Analisis Spektrofotometri Uv-Vis Senyawa Kompleks

Penentuan panjang gelombang kompleks dilakukan untuk mengetahui terbentuk tidaknya senyawa kompleks yang disintesis. Panjang gelombang maksimum logam dan kompleks ditentukan dengan spektrofotometer uv-vis pada rentang panjang gelombang 400-700 nm. Nilai panjang gelombang untuk logam diperoleh sebesar 495 nm dan untuk kompleks sebesar 455 nm. Spektra uv-vis kedua senyawa pada Gambar 4.12 .



Gambar 4.12. Spektra Uv-Vis Senyawa Kompleks dan Logam  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Pergeseran puncak ke arah panjang gelombang yang lebih pendek seperti yang terlihat pada Gambar 4.12 adalah indikasi awal kompleks telah terbentuk. Pergeseran panjang gelombang ini dipengaruhi oleh terjadinya transfer muatan dari ligan ke logam untuk membentuk ikatan koordinasi (Martak dkk., 2014). Secara visual, larutan senyawa kompleks berwarna hijau kekuningan, hal ini menunjukkan bahwa senyawa tersebut menyerap energi pada panjang gelombang warna komplementer violet yaitu 455nm (450-495nm). Berdasarkan teori warna (Underwood dan Day,

2002), suatu senyawa yang berwarna akan menyerap energi pada panjang gelombang warna komplementernya.

#### 4.3.2. Analisis Mikro Unsur CHN

Analisa mikro unsur CHN bertujuan untuk mengetahui komposisi relatif dari unsur karbon, hidrogen, dan nitrogen dari kristal senyawa kompleks Cu(II)- 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol. Prosentase komposisi relatif yang telah diperoleh dibandingkan dengan usulan rumus molekul senyawa kompleks yang dihitung secara teoritis. Berikut data hasil perbandingan komposisi unsur C, H, N secara eksperimen dan teoritis dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Perbandingan Komposisi Unsur C, H, N secara eksperimen dan teoritis

	%C	%H	%N
<b>Sampel Uji</b>	<b>27,61</b>	<b>4,25</b>	<b>3,20</b>
[Cu(II)-(L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> ]Cl <sub>2</sub>	48,36	4,03	5,37
[Cu(II)-(L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> ]Cl <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O	46,75	4,26	5,19
<b>[Cu(II)-(L)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>]Cl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O</b>	<b>28,97</b>	<b>4,36</b>	<b>3,21</b>
[Cu(II)-(L) <sub>3</sub> (H <sub>2</sub> O)]Cl <sub>2</sub>	21,98	4,09	2,44
[Cu(II)-(L) <sub>3</sub> (H <sub>2</sub> O)]Cl <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O	21,64	4,20	2,40

L= ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Berdasarkan Tabel 4.3 terdapat beberapa usulan rumus molekul kompleks dengan perhitungan teoritis. Usulan rumus molekul senyawa kompleks yang mendekati perhitungan secara eksperimen yaitu kompleks [Cu(II)-(L)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>]Cl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. Ion klorida yang terikat pada salah satu logam Cu(II) diprediksi berasal dari garam CuCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. Perbedaan prosentase antara eksperimen dan teoritis diperkirakan karena adanya pengotor yang terdapat pada kompleks. Pada usulan rumus molekul kompleks tersebut menunjukkan adanya dua ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yang terikat pada logam Cu(II).

### 4.3.3. Analisis Kadar Ion Logam Cu(II) dengan Spektrometri Serapan Atom (SSA)

Analisis spektroskopi serapan atom dilakukan untuk mengetahui kadar ion logam dalam senyawa kompleks yang telah disintesis. Metode ini berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom – atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu tergantung pada sifat unsurnya. Analisis SSA hanya dapat dilakukan pada sampel yang berwujud larutan. Kristal senyawa kompleks terlebih dahulu didestruksi dengan  $\text{HNO}_3$  karena tidak dapat larut di dalam aquades, selanjutnya sampel ditambahkan dengan aquades (Arynta, 2015).

Hasil dari analisis spektroskopi serapan atom ini kemudian digabungkan dengan hasil *elemental analyzer* yang selanjutnya akan digunakan untuk memastikan formula kompleks yang terbentuk. Kadar tembaga dalam senyawa kompleks pada konsentrasi 10 ppm sebesar 7,50 %. Berikut adalah Tabel 4.4 perhitungan kadar ion logam dalam berbagai kemungkinan formula kompleks.

Tabel 4.4. Perbandingan Komposisi Unsur C, H, N dan logam Cu secara eksperimen dan Teoritis

Rumus molekul	Kadar %			
	C	H	N	Cu
Sampel	27,61	4,25	3,20	7,52
$[\text{Cu(II)}-(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2$	48,36	4,03	5,37	12,53
$[\text{Cu(II)}-(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	46,75	4,26	5,19	12,11
$[\text{Cu(II)}-(\text{L})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	28,97	4,36	3,21	7,50
$[\text{Cu(II)}-(\text{L})_3(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2$	21,98	4,09	2,44	5,69
$[\text{Cu(II)}-(\text{L})_3(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	21,64	4,20	2,40	5,60

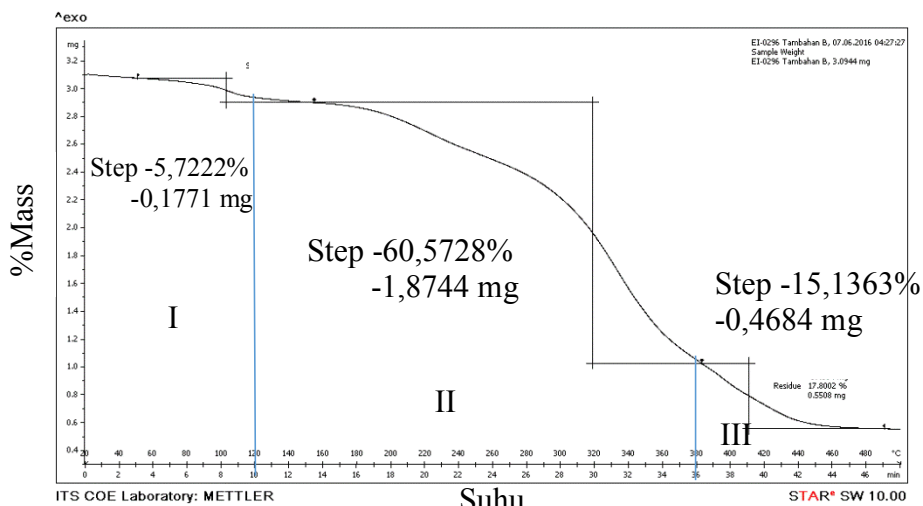
L= ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-Imidazol



#### **4.3.4. Analisis Termogravimetri (TGA) Senyawa Kompleks**

Penelitian ini menggunakan teknik analisis termal *Thermogravimetric Analyzer* (TGA). Analisis TGA digunakan untuk mengetahui perubahan massa sampel yang terdekomposisi sebagai fungsi suhu. Hilangnya massa sampel akibat pemanasan tersebut dibandingkan dengan massa awal sampel untuk mengetahui perbandingan antara % berat tersisa dengan % berat teoritisnya. Hasil analisis TGA dapat digunakan untuk memperkuat formula kompleks dengan identifikasi adanya dekomposisi air hidrat dan air ligan. Analisis TGA dilakukan suhu antara 20-500 °C dengan kenaikan 10 °C /menit.

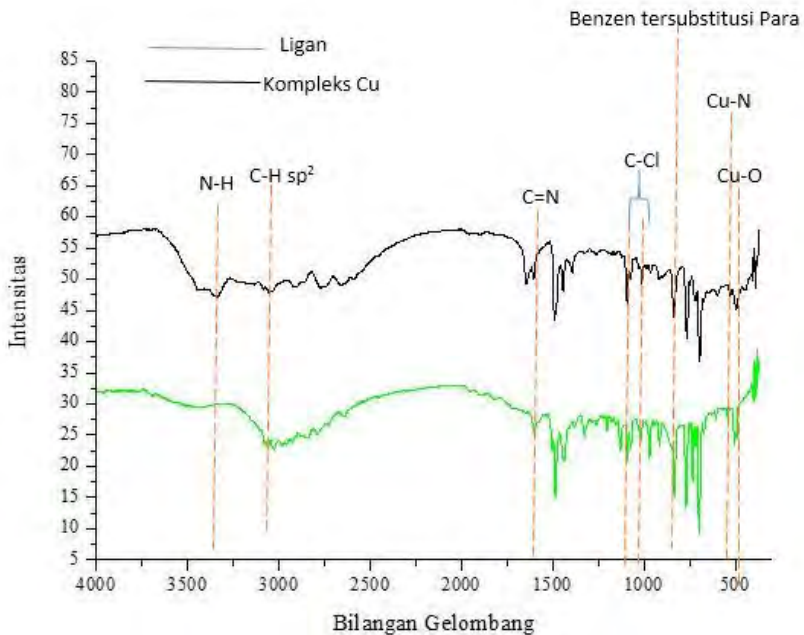
Berdasarkan hasil analisis pada Gambar 4.13 menunjukkan pengurangan massa sebanyak tiga kali. Pengurangan massa pertama terjadi sebesar 5,7222 % pada suhu 20-120 °C. Pengurangan berat ini disebabkan oleh terjadinya pelepasan air yang terikat secara fisis (You-Gui dkk., 2008). Pengurangan massa kedua merupakan pengurangan massa terbanyak sebesar 60,5728 % pada suhu 120-380 °C, pengurangan massa pada tahap kedua ini lebih dari satu tahapan. Pengurangan berat pada air kristal terjadi pada suhu 150-230 °C (You-Gui dkk., 2008). Pengurangan berat pada tahap kedua ini terjadi karena dekomposisi air sebagai air kristal, tetapi pada tahap kedua ini ligan organik, molekul klorin dan air ligan juga mengalami dekomposisi. Dekomposisi pada air ligan terjadi pada suhu 230-320 °C (Rageh dkk., 1999). Tahap ketiga terjadi pengurangan massa sebesar 15,1363 % dengan pengurangan massa sebanyak 0,4684 mg pada suhu 380-480 °C . Pengurangan berat tahap ketiga terjadi karena dekomposisi molekul organik yang masih tersisa. Residu sebesar 17,8052 % sebanyak 0,5509 mg diperkirakan dekomposisi dari logam tembaga dalam bentuk oksida. Berikut diberikan data hasil TGA Gambar 4.13.



Gambar 4.13. Kurva TGA Kompleks

### 4.3.5. Analisis Spektrofotometer FTIR Senyawa Kompleks

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer inframerah bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi pada kompleks sehingga dapat membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul. Karakterisasi spektrofotometer inframerah digunakan dengan metode pelet KBr pada bilangan gelombang  $4000-375\text{ cm}^{-1}$ . Senyawa kompleks dinyatakan terbentuk apabila terdapat ikatan logam Cu-N dan Cu-O yang berada pada daerah *finger print*. Selain itu, adanya ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dijelaskan melalui spektrum yang muncul pada bilangan gelombang tertentu. Hasil analisis spektrofotometer inframerah kompleks ditunjukkan pada Gambar 4.14. Spektrum, menjelaskan adanya ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol melalui gugus-gugus karakteristik pada bilangan gelombang tertentu. Berikut disajikan Gambar 4.14 Spektra inframerah kompleks.



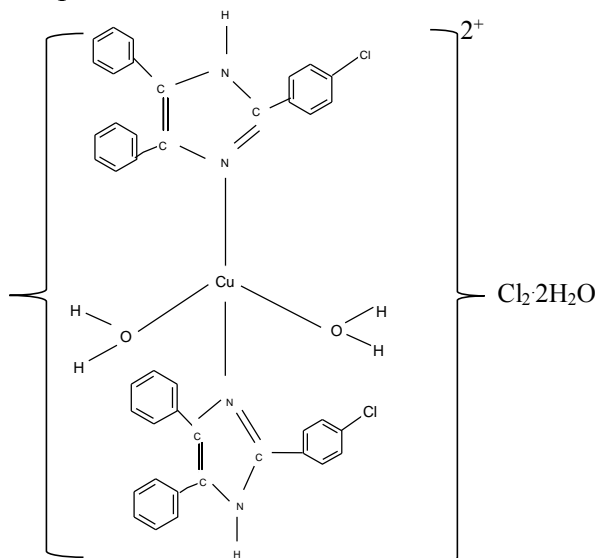
Gambar 4.14. Hasil analisis FTIR Kompleks

Gambar 4.14 menunjukkan adanya gugus N-H pada bilangan gelombang  $3336,96 \text{ cm}^{-1}$ , gugus C-H  $\text{sp}^2$  pada bilangan gelombang  $3055,35 \text{ cm}^{-1}$ . Pada bilangan gelombang  $1643,41 \text{ cm}^{-1}$  merupakan gugus C=N, sedangkan substituent gugus C-Cl terdapat pada panjang gelombang  $1074,39$  dan  $1093,67 \text{ cm}^{-1}$ . Benzen tersubstitusi pada posisi para menunjukkan panjang gelombang  $765,77 \text{ cm}^{-1}$ . Vibrasi ikatan logam dengan N adalah  $480\text{-}490 \text{ cm}^{-1}$ , sedangkan vibrasi ikatan logam dengan O adalah  $530\text{-}550 \text{ cm}^{-1}$ . Karakteristik puncak serapan yang tajam pada pembentukan kompleks dapat terlihat daerah  $528,51 \text{ cm}^{-1}$  dan  $449,43 \text{ cm}^{-1}$  (Komal, 2011). Vibrasi Cu-N yang berasal dari ikatan logam Cu dengan ligan pada bilangan gelombang  $496,72 \text{ cm}^{-1}$ . Ikatan logam Cu dengan ligan  $\text{H}_2\text{O}$  muncul pada puncak serapan

528,51  $\text{cm}^{-1}$ , yang menunjukkan adanya vibrasi Cu-O. Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol memiliki gugus C=N yang dapat menyumbangkan pasangan elektron bebasnya pada logam tembaga sehingga munculnya pita serapan baru antara logam tembaga dengan gugus C=N dapat dijadikan indikasi bahwa kompleks telah terbentuk.

#### 4.3.6. Prediksi Struktur

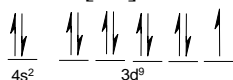
Berdasarkan seluruh analisis yang telah dilakukan sebelumnya, senyawa kompleks yang dihasilkan diprediksi memiliki struktur  $[\text{Cu(II)}-(\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{Cl})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  seperti pada Gambar 4.15.



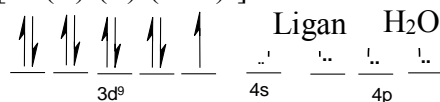
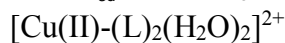
Gambar 4.15. Prediksi Struktur Senyawa Kompleks

Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol merupakan ligan monodentat yang dapat menyumbangkan satu pasang elektron bebas ke ion logam Cu(II) sebagai atom pusat. Jika ion logam Cu(II) dengan konfigurasi elektron valensi  $3d^9 4s^0$  berinteraksi dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol, maka akan menghasilkan hibridisasi

$sp^3$ . Ion logam tembaga(II) sebagai atom pusat akan mengikat dua ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dan dua gugus hidroksil melalui ikatan koordinasi terhadap atom pusat sehingga membentuk struktur senyawa kompleks *tetrahedral*. Hibridisasi molekul senyawa kompleks seperti pada Gambar 4.16.



Aturan penuh setengah penuh sehingga hibridisasinya, menjadi:



Gambar 4.16. Hibridisasi Molekul Senyawa Kompleks

Gambar 4.16 menunjukkan bahwa hibridisasi senyawa kompleks adalah  $sp^3$  yang menunjukkan geometri molekul tetrahedral. Orbital kosong pada 4s dan 4p diisi oleh ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dan ligan  $\text{H}_2\text{O}$ .

#### 4.3.7. Uji Toksisitas *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

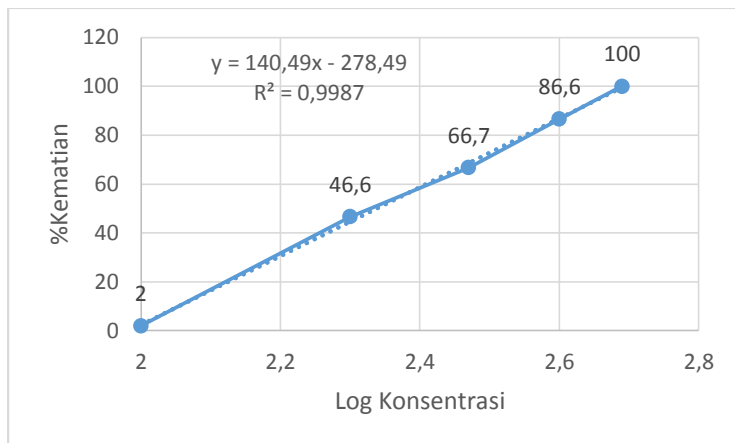
Uji toksisitas dilakukan untuk mengetahui toksisitas dari suatu senyawa baik dari bahan alam maupun produk sintesis. Uji toksisitas yang sering digunakan adalah metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Uji toksisitas tersebut menghasilkan nilai  $\text{LC}_{50}$  senyawa kompleks dalam  $\mu\text{g/mL}$  dengan larva udang *Artemia salina* sebagai hewan uji. Prinsip

pengujian BSLT adalah dengan mengetahui jumlah kematian larva *Artemia salina* karena pengaruh ekstrak atau senyawa yang diberikan pada larva tersebut.

Konsentrasi larutan uji yang digunakan yaitu konsentrasi 0 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm, 250 ppm dengan pengulangan sebanyak tiga kali. Kristal kompleks ditimbang untuk dibuat larutan stok kompleks konsentrasi 1000 ppm, kemudian ditambahkan sedikit etanol untuk melarutkan kompleks, ditambahkan aquades dalam labu ukur 100 ml untuk menghasilkan larutan kompleks uji toksisitas.

Penambahan aquades bertujuan untuk larva udang tidak mati akibat kondisi media uji. Setelah dibuat larutan kompleks uji toksisitas 1000 ppm diencerkan dengan aquades menjadi konsentrasi 0 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm, 250 ppm. Larutan uji dimasukkan ke dalam plat uji yang sudah berisi 10 larva udang dan didiamkan selama 24 jam. Hasil uji BSLT diplotkan kedalam bentuk grafik log konsentrasi dan % kematian.

Hasil uji BSLT pada senyawa uji dapat dilihat pada lampiran 7. Data yang dihasilkan kemudian diplot antara log konsentrasi pada sumbu x dan % mortalitas pada sumbu y. Grafik hasil plotting tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17. Grafik plotting antara log konsentrasi dengan % kematian

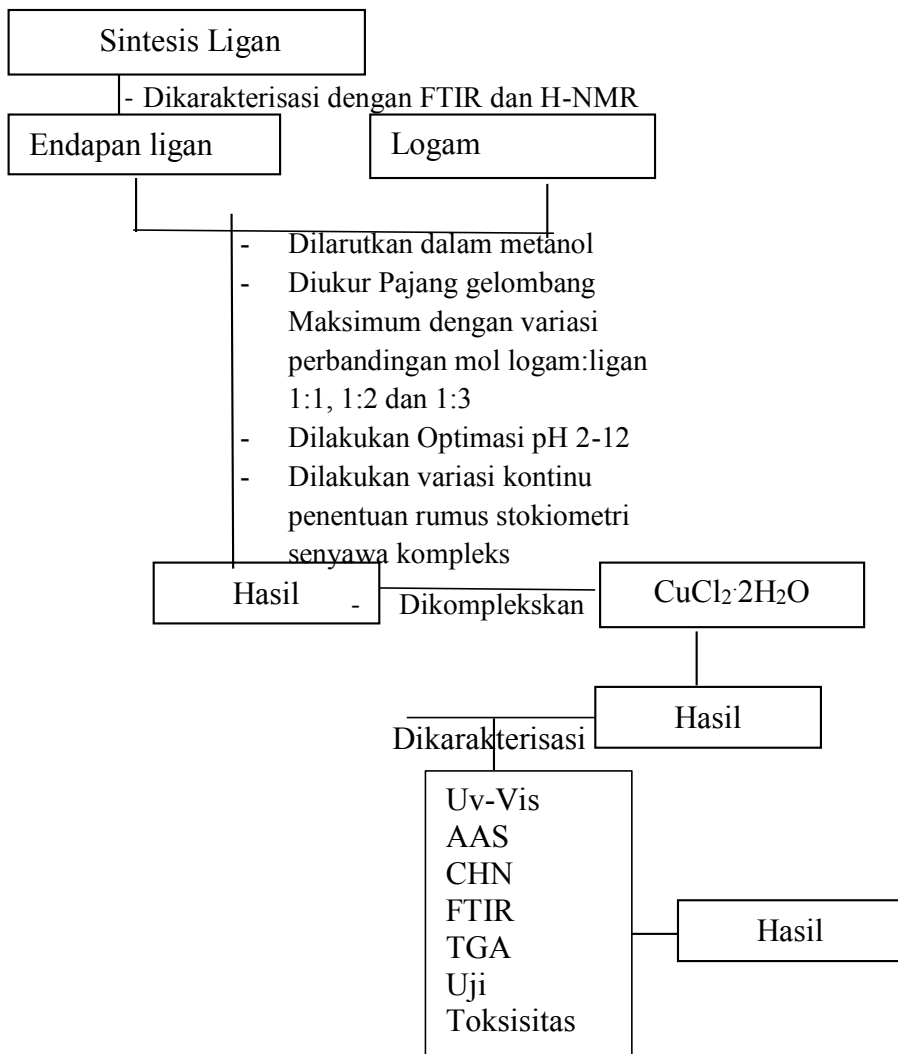
Gambar 4.17, hasil dari uji BSLT pada senyawa menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi dari senyawa uji maka semakin besar pula % kematian larva, begitu pula sebaliknya. Juniarti (2009), dalam penelitiannya menyatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi senyawa uji maka semakin tinggi pula % kematian. Dari data regresi linear yang ada pada grafik, didapatkan nilai  $LC_{50}$  senyawa uji sebesar 213,8 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa kompleks pada konsentrasi 213,8 ppm senyawa  $[Cu(II)-(C_{21}H_{15}N_2Cl)_2(H_2O)_2]Cl_2 \cdot 2H_2O$  mampu membunuh 50% larva udang. Menurut Meyer et, al., 1982 untuk senyawa murni apabila memiliki sifat toksik jika  $LC_{50} < 200$  ppm. Senyawa  $[Cu(II)-(C_{21}H_{15}N_2Cl)_2(H_2O)_2]Cl_2 \cdot 2H_2O$  memiliki nilai  $LC_{50}$  sebesar 213,8 ppm, sehingga mengindikasikan bahwa senyawa uji memiliki sifat tidak toksik.

***-Halaman ini Sengaja Dikosongkan-***



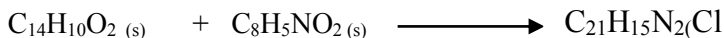
## LAMPIRAN 1

### A. Skema Kerja



**B. Perhitungan Rendemen Senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol**

Stoikiometri reaksi sintesis senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol



M	10 mmol	10 mmol	
R	10 mmol	10 mmol	10 mmol
<hr/>			
-	-		10 mmol = 0,01 mol

$$\begin{aligned} \text{massa (secara teori)} &= n \cdot \text{Mr} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 330,71 \text{ g/mol} \\ &= 3,3071 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{massa hasil percobaan} = 1,9833 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \% \text{Rendemen} &= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,9833 \text{ g}}{3,3071 \text{ g}} \times 100 \% \end{aligned}$$

$$= 59,97 \%$$

### C. Perhitungan Rumus Stokiometri Senyawa Kompleks

Tabel 2. Data absorbansi per. satuan perbandingan logam:ligan

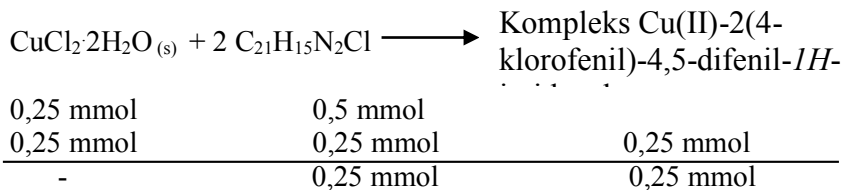
Fraksi mol ligan	Absorbansi
0	0
0,1	0,111
0,2	0,201
0,3	0,285
0,4	0,402
0,5	0,532
0,6	0,598
0,7	0,68
0,8	0,52
0,9	0,339
1	0

#### Perhitungan fraksi mol ligan

1. Persamaan perhitungan fraksi mol ligan  $\frac{a}{1-a} \dots (1)$   
 $(a = \text{perpotongan garis singgung})$   
 $(\text{Gladys, 2013}).$
2. Pada Gambar 4.10 grafik variasi kontinu didapatkan perpotongan garis singgung 0,7 sehingga dari persamaan diatas dimasukkan nilai 0,7 menjadi;

$$\frac{a}{1-a} = \frac{0,7}{1-0,7} = 2,3 \text{ sehingga mol ligan yang digunakan adalah 2 mol}$$

**D. Rendemen Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol**



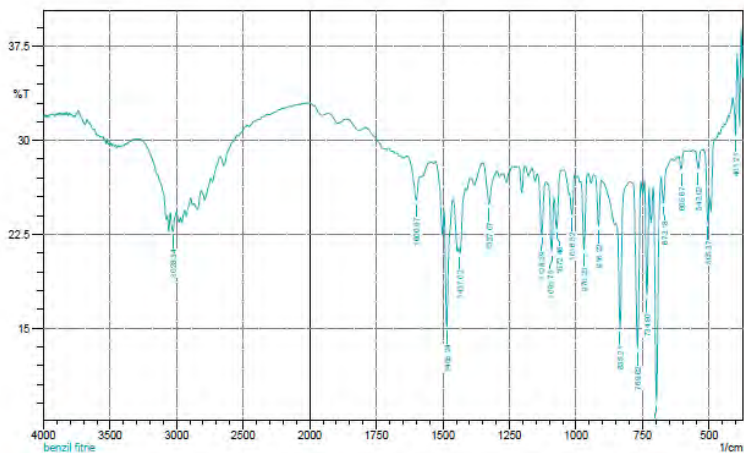
$$\begin{aligned} \text{Massa teori kompleks} &= \text{mol kompleks} \times \text{Mr.kompleks} \\ &= 0,25 \text{ mmol} \quad \times \quad 869,72 \text{ g/mol} \\ &= 217,43 \text{ mg} \\ &= 0,2174 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Massa percobaan} = 0,3755 \text{ g}$$

$$\% \text{Rendemen} = \frac{0,2174 \text{ g}}{0,3755 \text{ g}} \times 100 \% = 57,89 \%$$

## LAMPIRAN 2 SPEKTRUM FTIR

SHIMADZU

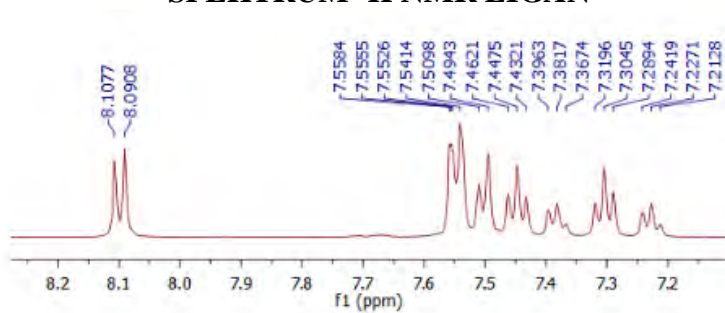


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	401.21	30.421	5.192	410.85	395.42	7.503	0.49
2	505.37	23.387	2.951	524.86	499.58	14.367	0.229
3	542.02	27.758	1.447	551.66	524.66	14.645	0.218
4	605.67	27.674	1.281	615.31	596.02	10.563	0.18
5	673.18	25	2.305	680.89	638.46	23.959	0.342
6	698.25	9.164	17.327	709.83	682.82	20.443	4.893
7	734.9	17.6	8.613	742.62	727.19	10.474	1.479
8	769.62	13.383	13.216	768.56	758.05	27.001	3.719
9	835.21	14.988	9.373	850.84	800.49	32.214	2.195
10	916.22	23.141	3.851	935.51	904.64	18.184	0.656
11	970.23	21.275	5.691	981.8	954.8	16.403	1.063
12	1016.52	24.07	2.379	1024.24	1006.88	10.407	0.4
13	1072.46	22.938	3.108	1082.1	1047.38	20.483	0.463
14	1091.75	21.071	4.859	1111.03	1084.03	16.565	0.761
15	1128.39	22.514	4.449	1145.75	1112.96	19.591	0.935
16	1327.07	24.896	3.074	1348.29	1298.21	26.919	1.051
17	1437.02	21.024	1.134	1440.87	1415.8	15.715	0.212
18	1485.24	15.121	9.591	1494.88	1464.02	21.19	2.55
19	1600.97	25.22	2.366	1635.69	1585.54	28.395	0.59
20	3028.34	22.721	1.498	3047.63	3003.27	27.912	0.593

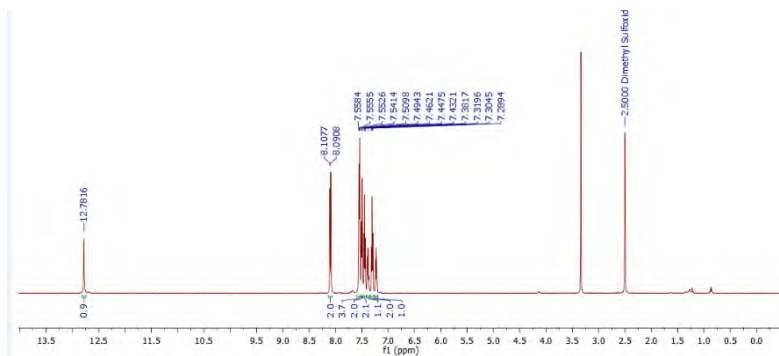
Gambar 1. Spektrum FTIR Senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

### LAMPIRAN 3

#### SPEKTRUM $^1\text{H}$ NMR LIGAN

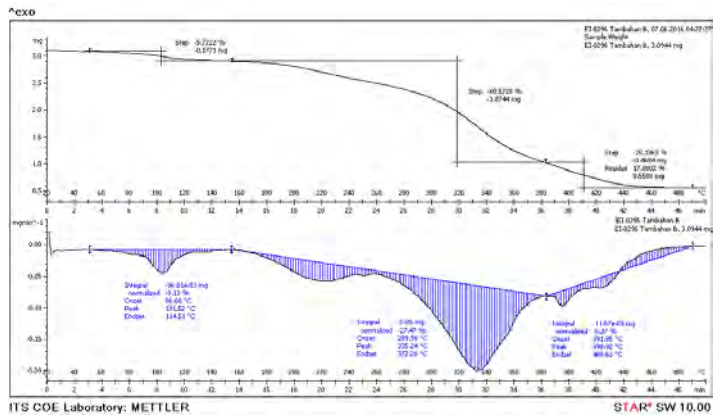


Gambar 2. Spektrum  $^1\text{H}$  NMR 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol

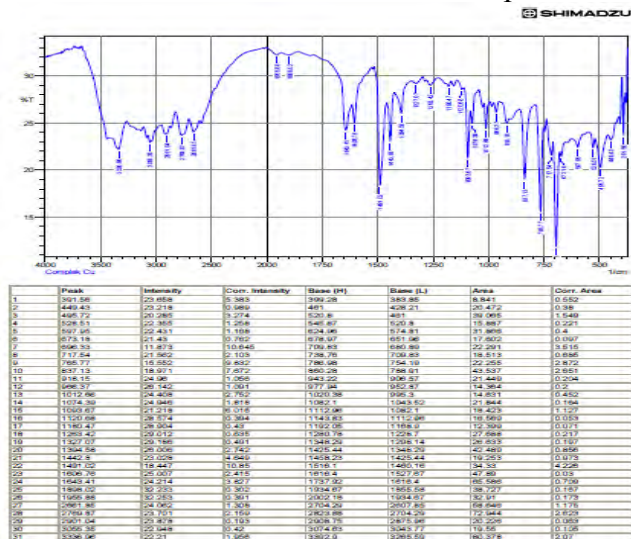


Gambar 3. Spektrum  $^1\text{H}$  NMR Perbesaran

## LAMPIRAN 4 TGA KOMPLEKS



Gambar 4. Kurva TGA Kompleks



Gambar 5. Spektrum FTIR Kompleks

## LAMPIRAN 5

### PERHITUNGAN KADAR LOGAM DALAM KOMPLEKS

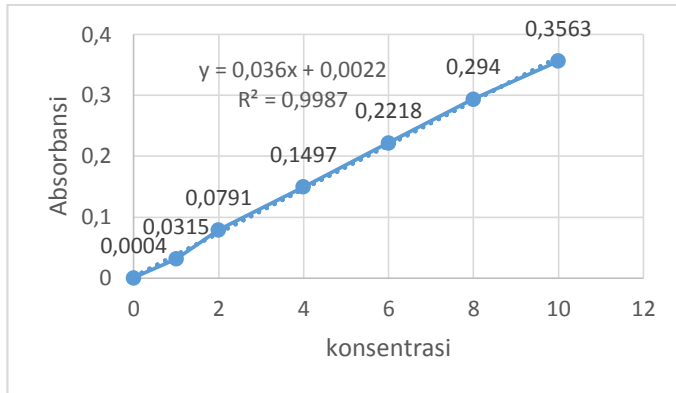
#### A. Pembuatan larutan logam untuk kurva kalibrasi:

- a. Konsentrasi larutan logam = 100 ppm = 100 mg/L  
 $= 100 \text{ mg} / 1000 \text{ mL}$   
 $= 10 \text{ mg} / 100 \text{ mL}$   
 $= 0,01 \text{ gram logam} / 100 \text{ mL}$
- b. Massa logam =  $\frac{\text{Mr CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Cu}} \times \text{massa Cu}$   
 $= \frac{170,48 \text{ g/mol}}{63,5 \text{ g/mol}} \times 0,01 \text{ gram}$   
 $= 0,026 \text{ gram}$

Tabel 3. Data absorbansi larutan standart

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0,0004
1	0,0315
2	0,0791
4	0,1497
6	0,2218
8	0,2940
10	0,3563





Gambar 6. Kurva kalibrasi larutan standar Tembaga  
Pembuatan larutan sampel :

- a. Konsentrasi larutan sampel = 100 ppm = 100 mg/L  
 = 100 mg/1000 mL  
 = 10 mg/100 mL  
 = 5 mg sampel/ 50 mL

Ditimbang 0,005 gram cuplikan, ditambahkan 3 ml  $\text{HNO}_3$  dan dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 50 ml sampai tanda tera.

- b. Pengenceran larutan cuplikan 100 ppm menjadi 10 ppm  
 Konsentrasi 10 ppm :  $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$   
 $V_1 \times 100 = 50 \times 10$   
 $V_1 = 5 \text{ mL}$

Diambil larutan cuplikan 100 ppm sebanyak 5 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml ditambahkan 1 ml  $\text{HNO}_3$  ditambahkan aquades sampai tanda tera.

Tabel 4. Data absorbansi tembaga dalam kompleks

Sampel	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi Terbaca AAS (ppm)
Sampel	10 ppm	0,2722	5,4816 ppm

Persamaan regresi linier :

$$y = ax + b$$

$$y = 0,036x + 0,0022$$

Konsentrasi untuk cuplikan 1 :

$$y = 0,036x + 0,0022$$

$$0,2722 = 0,036x + 0,0022$$

$$X = 7,5$$

$$\text{Kadar \%} = \frac{\text{mg/L} \times \text{V labu}}{\text{Massa awal}} \times 100 \%$$

$$\text{Kadar \%} = \frac{7,5 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{5 \text{ mg}} \times 100 \% = 7,5 \%$$

## LAMPIRAN 6

### PERHITUNGAN TEORITIS PROSENTASE UNSUR PADA KOMPLEKS

Berdasarkan hasil analisa mikro unsur CHN diperoleh rumus molekul . Tabel 6. Data eksperimen analisa unsur C, H, N.

	%C	%H	%N
Sampel	27,61	4,25	3,20

**Perhitungan teoritis persentase unsur :****1. [Cu(II)-(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]Cl<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O Mr = 539,01 g/mol**

$$\% \text{ C} = \frac{21 \times 12}{539,01} \times 100 \% = 46,75 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{23 \times 1}{539,01} \times 100 \% = 4,26 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14}{539,0} \times 100 \% = 5,19 \%$$

**2. [Cu(II)-(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]Cl<sub>2</sub> Mr = 521,01 g/mol**

$$\% \text{ C} = \frac{21 \times 12}{521,01} \times 100 \% = 48,36 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{21 \times 1}{521,01} \times 100 \% = 4,03 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14}{521,0} \times 100 \% = 5,37 \%$$

**3. [Cu(II)-(L)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>]Cl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O Mr = 869,72 g/mol**

$$\% \text{ C} = \frac{21 \times 12}{869,72} \times 100 \% = 28,97 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{38 \times 1}{869,72} \times 100 \% = 4,36 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14}{869,7} \times 100 \% = 3,21 \%$$

**4. [Cu(II)-(L)<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)]Cl<sub>2</sub> Mr = 1146,43 g/mol**

$$\% \text{ C} = \frac{21 \times 12}{1146,43} \times 100 \% = 21,98 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{47 \times 1}{1146,43} \times 100 \% = 4,09 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14}{1146,43} \times 100 \% = 2,44 \%$$

**5. [Cu(II)-(L)<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)]Cl<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O Mr = 1164,43 g/mol**

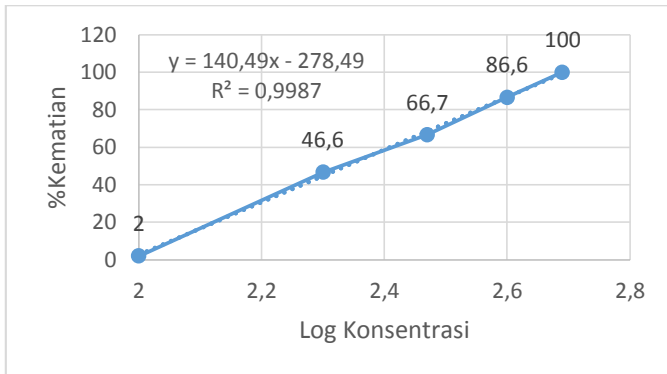
$$\% \text{ C} = \frac{21 \times 12}{1164,43} \times 100 \% = 21,64 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{49 \times 1}{1164,43} \times 100 \% = 4,20 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14}{1164,} \times 100 \% = 2,40 \%$$



**LAMPIRAN 7**  
**PERHITUNGAN NILAI LC<sub>50</sub> METODE BSLT (BRINE SHRIMP LETHALITY TEST)**



Gambar 8. Grafik Uji Toksisitas Kompleks Cu(II)-2(4-Klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Perhitungan nilai LC<sub>50</sub> senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-Klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Digunakan persamaan linier :

$$y = 140,49x - 278,49$$

$$y = 50$$

Antilog x = nilai LC<sub>50</sub>. Dengan dimasukkan nilai y=50

$$50 = 140,49x - 278,49$$

$$x = 2,33 \quad \text{anti log } x = 213,8\text{ppm}$$

Jadi nilai LC<sub>50</sub> = 213,8ppm



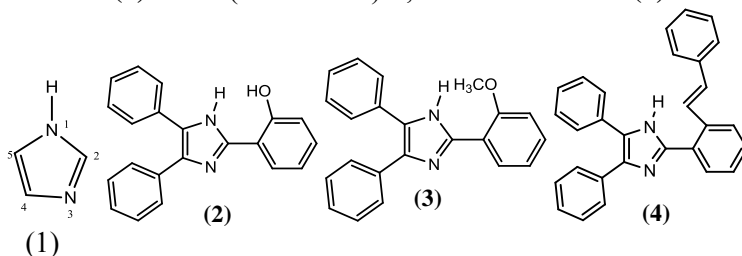
# BAB I

## PENDAHULUAN

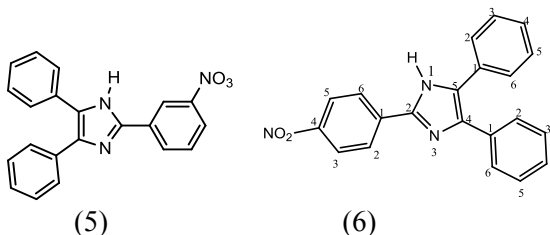
### 1.1 Latar Belakang

Imidazol (**1**) merupakan senyawa heterosiklik yang bersifat aromatik dengan atom N heteroatom. Imidazol memiliki rumus molekul  $C_3H_4N_2$ . Umumnya imidazol membentuk kompleks bidentat atau polidentat (Yue dkk., 2012). Imidazol (**1**) berperan penting dalam berbagai aktivitas farmakologi diantaranya sebagai antibakteri, antikanker, antifungal, analgesik, dan anti-HIV. Selain sifat tersebut, imidazol (**1**) juga memiliki sifat anthelmintik (Verma dkk., 2013). Imidazol juga sering digunakan dalam dunia farmasi obat seperti cimetidine. Cimetidine dengan nama dagang Tagamet dikembangkan oleh Smith (1988) dimana cimetidine digunakan untuk mengobati penyakit maag, sehingga penderita tidak perlu operasi atau bahkan mengalami kematian karena penyakit maag (Clayden, 2005).

Dalam beberapa penelitian, yang telah dilaporkan Dutta (2010), beberapa turunan imidazol merupakan senyawa yang sering digunakan sebagai ligan dalam pembuatan senyawa kompleks, karena menunjukkan aktivitas anthelmintik yang tinggi, seperti 2-(2-hidroksifenil)-4,5-difenil imidazol (**2**), 2-(2-metoksifenil)-4,5-difenil imidazol (**3**), 2-(2-feniletetil)-4,5-difenil imidazol (**4**) dan 2-(3-nitrofenil)-4,5-difenil imidazol (**5**).







Senyawa kompleks dengan ligan turunan imidazol seperti  $[\text{Ag}(\text{II})(2\text{-hidroksimetil-N-alkil imidazol})_4](\text{NO}_3)_2$ , alkil = benzil, metil, etil, propil, butil, heptil, oktil, dan decil menunjukkan aktivitas antimikroba pada 2 jenis bakteri *E. coli* dan *B. spizizenii* (Kleyi dkk., 2012). Ligan turunan imidazol yang lain seperti senyawa 2(4-nitrofenil)-4,5difenil-1*H*-imidazol (**6**) yang telah disintesis oleh Lakshman dkk. (2009) berhasil dikomplekskan dengan ion logam Cu(II), Co(II), dan Pb(II) namun, bioaktivitas kompleks tersebut belum pernah dilaporkan. Salah satu cara untuk mengetahuinya adalah dengan mengomplekskan senyawa agar dapat diketahui bioaktivitas kompleks yang terbentuk. Peningkatan reaktivitas senyawa dapat dilakukan dengan mengganti gugus fungsi atau pengompleksan, karena pengompleksan merupakan salah satu metode yang digunakan dalam peningkatan aktivitas biologis (Huissan, 2008).

Ion logam Cu(II) merupakan logam yang paling umum digunakan. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Rehman dkk. (2009), telah dilaporkan pembentukan senyawa kompleks menggunakan berbagai macam logam dengan ligan 1,3-di(1*H*-imidazol-1-yl)-2-propanol(DIPO) menghasilkan senyawa  $[\text{M}(\text{DIPO})\text{X}_2]$  dengan M = Cu, Zn, Co dan Ni. Hasil uji biologis pada kompleks-kompleks tersebut menunjukkan bahwa ion logam Cu(II) memiliki sifat anti inflamantori dan antimikroba yang paling baik karena mampu menghasilkan resistensi terhadap semua bakteri yang diujikan. Keberadaan ion logam Cu(II) memiliki peran penting dalam berbagai proses biologis. Keunggulan ion logam Cu(II) inilah yang mendorong banyak peneliti menggunakannya sebagai ion logam pusat dalam senyawa kompleks.

Aktivitas biologis antara ion logam Cu(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5difenil-1*H*-imidazol diharapkan dapat memberikan resistensi yang baik pada uji aktivitas biologis dengan menggunakan *Brine Shrimp Lethality Test*. Metode *Brine Shrimp Lethality Test* ini dipilih karena menggunakan bahan alam, mudah dilakukan, dan digunakan sebagai salah satu uji awal dalam mendapatkan senyawa antikanker baru (Meyer dkk., 1982).

## 1.2 Permasalahan

Permasalahan yang mendasari penelitian ini adalah :

1. Bagaimana melakukan sintesis kompleks ion logam Cu(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5difenil-1*H*-Imidazol ?
2. Bagaimana rumus molekul senyawa kompleks Cu(II) yang disintesis dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5difenil-1*H*-Imidazol?
3. Berapa nilai  $LC_{50}$  senyawa kompleks Cu(II) yang disintesis dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5difenil-1*H*-Imidazol dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* ?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mensintesis kompleks Cu(II) yang disintesis dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5difenil-1*H*-Imidazol.
2. Mengetahui rumus molekul senyawa kompleks Cu(II) yang disintesis dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5difenil-1*H*-Imidazol.
3. Mendapatkan nilai  $LC_{50}$  senyawa kompleks Cu(II) yang disintesis dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5difenil-1*H*-Imidazol dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.

## 1.4 Manfaat

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya pada bidang sintesis senyawa kompleks dan uji toksisitas dari kompleks yang dihasilkan.

***-Halaman ini Sengaja Dikosongkan-***

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Kompleks Tembaga(II)

Tembaga (Cu) merupakan unsur transisi yang banyak digunakan dalam pembentukan kompleks. Tembaga (Cu) memiliki bilangan oksidasi +1, +2, +3. Tembaga banyak dijumpai dalam bentuk tembaga(II) pada pembentukan senyawa kompleks (Lee, 1994). Tembaga(II) dengan ligan yang mengandung atom donor elektron seperti N, S dan O dapat membentuk kompleks dengan berbagai kemungkinan geometri.

Tembaga(II) membentuk kompleks dengan bilangan koordinasi empat, lima atau enam dengan geometri *square planar*, *square pyramid* atau oktahedral terdistorsi (Cotton, 1989). Menurut Akitsu, dkk tahun 2003 kompleks  $[\text{Cu}(\text{imidat})_2(\text{amin})_2]$  memiliki bilangan koordinasi empat dengan struktur *square planar*. Imidat merupakan ligan monodentat yang memiliki deprotonasi atom nitrogen. Kompleks Cu(II) dengan ligan imidat memiliki struktur *square planar* karena sifat  $3d^9$  dari atom pusat tembaga. Atom N dari kedua ligan terkoordinasi pada atom pusat tembaga dan menempati sudut-sudut *square planar*.

### 2.2. Senyawa Kompleks Koordinasi

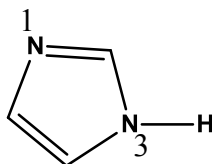
Senyawa kompleks atau yang biasa dikenal sebagai senyawa koordinasi merupakan senyawa yang dibentuk oleh reaksi asam lewis (akseptor pasangan elektron, biasanya logam transisi) dengan basa lewis (donor pasangan elektron), yang dikenal dengan ligan. Senyawa kompleks menghasilkan beberapa material yang dapat diaplikasikan dalam bidang adsorpsi gas, optik, pemisahan molekul atau ion, magnet dan katalis. Senyawa kompleks tersebut dapat diperoleh dengan cara sintesis dengan metode analisis struktur dan sifatnya. Struktur dan sifat senyawa kompleks koordinasi dipengaruhi oleh bentuk konformasi, fleksibilitas ligan organik dan struktur geometris (Bailar, 1946).

Senyawa kompleks dapat diuraikan menjadi ion kompleks. Ion kompleks merupakan kompleks yang terdiri dari sebuah atom pusat dan ligan dengan muatan positif maupun muatan negatif. Ion

pusat memiliki bilangan oksida positif, nol dan negatif sedangkan ligan yang berikatan pada ion pusat bermuatan netral dan negatif (Prakash dkk., 2000).

### 2.3. Imidazol dan Turunannya

Imidazol (**1**) merupakan senyawa cincin lima heterosiklik dengan rumus molekul  $C_3H_4N_2$  yang diklasifikasikan sebagai alkaloid. Nama sistematik dari struktur ini yaitu 1,3-diazol (Xi dkk., 2008).



(1)

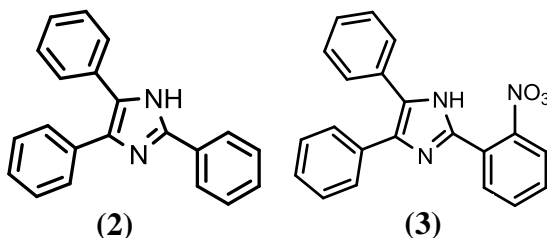
Gambar 2.1. Struktur Imidazol

Gambar 2.1 menunjukkan imidazol memiliki energi resonansi yang lebih tinggi dibandingkan dengan pirol. Pada atom nitrogen (1) memiliki sifat seperti atom nitrogen pada pirol karena pasangan elektron bebas pada atom nitrogen ikut serta dalam sistem aromatik. Pada atom nitrogen (3) memiliki sifat atom nitrogen pada piridin yakni pasangan elektron bebas tidak ikut dalam sistem aromatik. Aplikasi senyawa imidazol ini digunakan sebagai inhibitor korosi, obat anti kanker. Aplikasi sebagai obat berasal dari penggabungan inti imidazol secara sintetik.

Imidazol memiliki satu pasangan elektron bebas yang memberikan kontribusi pada  $6\pi$  elektron cincin aromatik dan satu pasang elektron bebas yang tidak terlibat dalam aromatisitas (Clayden, 2005). Sifat fisik lain dari imidazol yaitu berwujud kristal padat, berwarna kuning pucat, memiliki titik didih  $255-256^\circ\text{C}$ , dan larut dalam air. Imidazol merupakan senyawa yang sifatnya basa lemah dengan  $pK_{\text{aH}}$  7,1. Kedua atom nitrogen melekat pada atom karbon  $sp^2$  yang bersifat penarik elektron. Imidazol dengan dua atom nitrogen bersifat lebih basa daripada piridin dengan  $pK_{\text{aH}}$  5,2

karena piridin hanya memiliki satu atom nitrogen yang positif untuk menstabilkan muatan (Clayden, 2005).

Imidazol dikenal sebagai senyawa yang memiliki bioaktivitas sebagai kemoterapi baru dalam bidang kimia obat. Pada penelitian sebelumnya, turunan imidazol seperti 2-fenil-4,5-difenil imidazol (**2**) dan 2-(2-nitrofenil)-4,5-difenil imidazol (**3**) memiliki potensi aktivitas analgesik. Aktivitas analgesik meningkat dengan adanya substitusi nitro (Mariappan dkk, 2012).



Gambar 2.2. Struktur senyawa kompleks yang berpotensi sebagai aktivitas analgesik.

## 2.4. Kompleks Logam dengan Turunan Imidazol

Salah satu turunan imidazol yang sedang dikembangkan adalah imidazol tersubstitusi-N. Imidazol tersubstitusi-N merupakan heterosiklik yang bersifat farmakologi penting seperti anti parasit, anti jamur, anti mikroba, dan aktivitas anti depresan. Penelitian sebelumnya telah dilaporkan bahwa N-alkil imidazol dengan struktur yang paling sederhana memiliki efek penghambatan pada aktivitas anti jamur (Jain dkk., 2010).

Penelitian oleh Rehman (2009), mengkomplekskan turunan imidazol dengan logam transisi Zn, Co, Ni, dan Cu rumus molekul yang diperoleh  $[M(DIPO)X_2]$ , senyawa tersebut digunakan sebagai antimikroba. Hasil penelitian tersebut menyebutkan bahwa sebagian besar senyawa kompleks menghasilkan aktivitas biologi terhadap 4

tipe bakteri pathogen. Penelitian lain mengkomplekskan dengan logam Cu sehingga senyawa yang dihasilkan adalah  $[\text{Cu}(\text{LiCl}_2)\text{DMF}]$ . Senyawa tersebut memiliki aktivitas sebagai agen anti tumor. Penelitian oleh Konstantina, dkk (2010), senyawa kompleks dari ion logam  $\text{Zn(II)}$  0,18 g dengan ligan 1-metil-4,5-difenil imidazol (L) 0,10 g telah berhasil disintesis. Senyawa tersebut disintesis dengan metode solvotermal menggunakan *Teflon-lined stainless steel autoclave*. Selama tiga hari pada suhu  $150\text{ }^\circ\text{C}$ . Kristal senyawa kompleks yang dihasilkan tidak berwarna dan dikarakterisasi dengan *X-Ray Crystallography*. Senyawa kompleks tersebut mempunyai rumus molekul  $[\text{Zn}(\text{benzoat})_2(\text{L})]\cdot 2\text{MeOH}$  dengan rumus empiris  $\text{C}_{48}\text{H}_{46}\text{N}_4\text{O}_6\text{Zn}$ . Struktur senyawa kompleks tersebut berfungsi sebagai atom pusat yang membentuk tetrahedral dengan sistem kristal monoklinik yang diikat oleh dua oksigen dari benzoat dan dua pasangan donor elektron nitrogen yang berasal dari ligan.

## 2.5. Karakterisasi

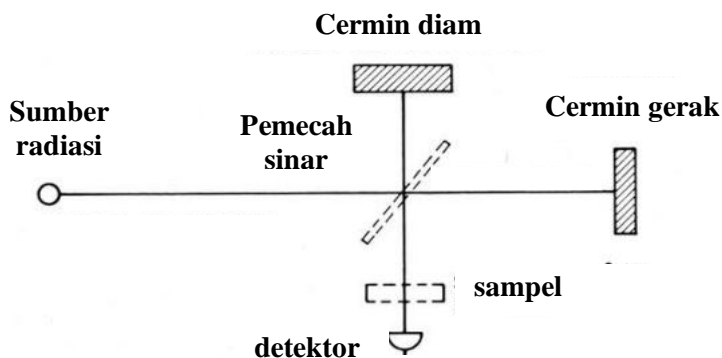
### 2.5.1 Spektroskopi Infra merah (IR)

Pada prinsipnya FT-IR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsional yang ada pada suatu senyawa. Oleh karena itu, data-data yang diberikan oleh spektrofotometri FT-IR diperlukan untuk analisis suatu senyawa yang belum diketahui. Selain dipergunakan untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, FT-IR dapat juga digunakan untuk menentukan komposisi campuran, kualitas atau konsistensi material dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul (Sibilia, 1996).

Dalam spektroskopi FT-IR, jika suatu molekul menyerap radiasi inframerah maka molekul tersebut akan mengalami vibrasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Analisis dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa hanya radiasi inframerah dengan energi (frekuensi) tertentu yang akan diserap oleh suatu molekul. Akibat penyerapan energi ini, inti-inti atom yang terikat secara kovalen akan mengalami getaran dan energi yang diserap ini dapat meningkatkan amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Panjang gelombang serapan oleh suatu tipe ikatan tertentu bergantung pada

macam ikatan tersebut, oleh karena itu tipe ikatan yang berlainan akan menyerap radiasi infra merah pada panjang gelombang karakterisasi yang berlainan. Akibatnya setiap molekul akan mempunyai spektrum infra merah yang karakteristik pada konsentrasi ukur tertentu, yang dapat dibedakan dari spektrum lainnya melalui posisi dan intensitas pita serapan, sehingga dapat digunakan untuk penjelasan struktur, identifikasi dan analisis kuantitatif (Sastrohamidjojo, 1992).

Gerakan *stretching* dan *bending* dilakukan oleh setiap molekul. Setiap gerakan tersebut diserap pada bilangan gelombang tertentu pada spektrum IR. Selain itu, pada spektrum IR terdapat daerah khusus yang disebut sebagai daerah *finger print* pada bilangan gelombang antara  $1500\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ . Gugus fungsi setiap molekul ditentukan dari spektrum yang muncul pada bilangan gelombang tertentu. Masing-masing gugus fungsi mempunyai karakteristik absorpsi IR yang tidak sama antara senyawa satu dengan yang lain (Sibilia, 1996). Spektrum yang dihasilkan menunjukkan beberapa gugus fungsi yang ada dalam senyawa. Spektrofotometri Infra merah mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada bilangan gelombang  $4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ . Skema alat spektrofotometer infra merah ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Skema Alat Spektrofotometer Inframerah



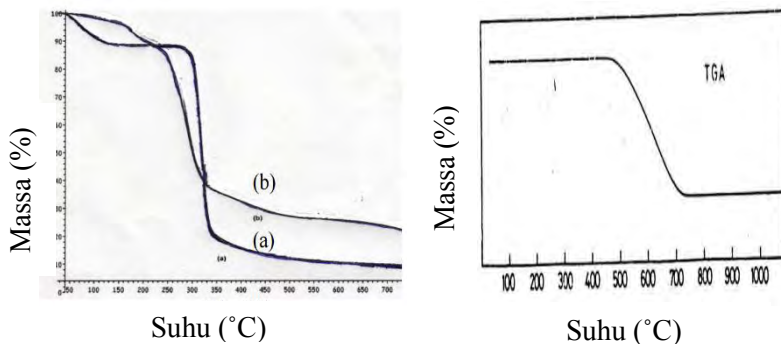
Prinsip kerja spektrofotometri FTIR pada Gambar 2.3 adalah sinar yang mengenai sampel, ada diteruskan, diserap dan dipantulkan. Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar inframerah direkam kemudian diteruskan menuju detektor dan dimunculkan dalam bentuk spektra ( Perkins W.D,1986). Tabel 2.1 menunjukkan nilai frekuensi beberapa gugus fungsi yang penting.

Tabel 2.1. Frekuensi Vibrasi Infra Merah (Nakamoto, 1997)

Jenis Ikatan	Gugus	Kelompok Senyawa	Rentang Frekuensi (cm-1)
Ikatan Tunggal	C – C	Alkana	-1200
Ikatan rangkap dua	N – H	Amina	3200 – 3600
	S – H	Tiol	2550 – 2600
	C = C	Alkena	1600 – 1680
	C = N	Imina dan oksim	1500 – 1650
	C = O	Keton	1700 – 1725
		Aldehida	1720 – 1740
		Asam	1700 – 1725
		Ester	1735 – 1750
Ikatan rangkap tiga	C $\equiv$ C	Alkuna	2100 – 2260
	C $\equiv$ N	Nitril	2200 – 2400
		Overtone Out of plane	2000 – 1700 900 – 690
Piridin Aromatik	C=N, C=C NO <sub>2</sub>	Piridin Aromatik tersubstitusi nitro	1615 – 1565 1540 - 1500

### 2.5.2 Analisis Termogravimetri (TGA)

Termogravimetri merupakan cabang dari analisis termal yang mempelajari perubahan massa sampel sebagai fungsi suhu dalam mode pemindaian atau sebagai fungsi waktu dalam mode isothermal. Data yang diperoleh dari analisis TGA ditampilkan dalam bentuk kurva persen berat terhadap waktu atau suhu. Kurva TGA memberikan informasi pengurangan massa selama pemanasan. Contoh kurva TGA ditunjukkan pada Gambar 2.4



Gambar 2.4. Tipe kurva TGA 3 tahap dan 2 tahap  
(Damian dan Peter, 2012)

Pada Gambar 2.4, proses dekomposisi termal berlangsung secara bertahap. Jumlah tahapan proses dan rentang suhunya dipengaruhi oleh karakteristik senyawa. Pada umumnya diawali dengan tahapan hidrasi dan eliminasi molekul air penyusun kristal pada awal pemanasan hingga suhu 200°C. Apabila senyawa mengandung nitrat maka akan terjadi pelepasan nitrat mulai suhu 220°C (Damian dan Peter, 2012).

### 2.5.3 Analisis Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan suatu teknik analisis yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (200 - 400 nm) dan sinar tampak (400 - 800 nm). Umumnya sampel yang digunakan berupa larutan. Dalam analisis pelarut

yang digunakan untuk melarutkan senyawa uji memiliki beberapa syarat yaitu:

- a. Pelarut tidak bereaksi dengan sampel yang diuji
- b. Kemurnian pelarut dan sampel harus tinggi
- c. Pelarut tidak mengandung sistem konjugasi
- d. Pelarut tidak berwarna

Hasil analisis UV-Vis memberikan informasi secara kualitatif adanya ikatan  $\pi$  (ikatan tak jenuh) yang terkonjugasi. Senyawa-senyawa yang memiliki ikatan  $\pi$  disebut sebagai kromofor. Indikator adanya kromofor pada suatu senyawa dapat diketahui dengan adanya absorbansi pada panjang gelombang tertentu. Nilai absorbansi atau intensitas panjang gelombang maksimum yang berbeda dipengaruhi oleh lingkungan dari senyawa yaitu adanya pengaruh substituen, pelarut, kondisi pH, dan suhu. Ikatan rangkap dua terkonjugasi merupakan penambahan ikatan rangkap dua yang dapat menambah intensitas dan panjang gelombang puncak-puncak absorbansi. Ion-ion logam transisi memiliki tingkat energi dengan absorbansi pada panjang gelombang 400-700 nm (Khopkar, 1990).

#### **2.5.4 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)**

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) adalah suatu teknik pemisahan senyawa sederhana yang banyak digunakan, metode ini menggunakan lempeng kaca atau lembaran plastik yang ditutupi penyerap atau lapisan tipis dan kering. Kromatografi lapis tipis digunakan untuk memisahkan komponen-komponen atas dasar perbedaan adsorpsi atau partisi oleh fase diam. KLT merupakan kromatografi serapan, tetapi dapat juga merupakan kromatografi partisi karena bahan penyerap telah dilapisi air dari udara (Sudjadi, 1986).

Larutan sampel ditotolkan dengan pipet mikro atau injektor pada jarak 1-2 cm dari batas plat. Setelah pelarut dari noda menguap, plat siap untuk dikembangkan dengan fasa gerak yang sesuai hingga jarak eluen atau fasa gerak dari batas plat mencapai 7-10 cm. Proses pengembangan dikerjakan dalam wadah tertutup chamber yang diisi eluen yang sesuai dengan sampel. Chamber tersebut dijenuhi dengan uap eluen agar dihasilkan pemisahan yang

baik dan dapat ulang (reproducible). Teknik pengembangan dapat dari bawah ke atas (ascending), dari atas ke bawah (descending) atau mendatar. Proses mencelupkan plat dalam bejana tidak boleh terlalu lama, karena dapat mempengaruhi difusi dan penguapan sehingga menyebabkan pemancaran dari noda-noda yang terpisah.

Langkah berikutnya adalah mengeringkan sisa eluen dalam lapisan tipis dengan didiamkan pada suhu kamar beberapa saat. Noda pada lapisan tipis dapat diamati langsung untuk noda tampak. Jika noda tidak tampak dapat dilihat dengan lampu UV pada panjang gelombang pendek (254 nm) atau pada panjang gelombang (366 nm). Dapat juga dilihat dengan menggunakan pereaksi semprot penimbul warna. Pemilihan eluen yang tepat merupakan langkah yang sangat penting untuk keberhasilan analisis dengan KLT. Pemilihan eluen (fasa gerak) sebaiknya menggunakan campuran pelarut organik yang mempunyai polaritas serendah mungkin, hal ini untuk mengurangi serapan dari setiap komponen dari campuran pelarut. Jika komponen-komponen yang mempunyai sifat polar yang tinggi (terutama air) dalam campuran akan merubah sistem menjadi sistem partisi. Campuran yang baik memberikan fasa-fasa bergerak yang mempunyai kekuatan bergerak sedang, tetapi sebaiknya dicegah sejauh mungkin mencampur lebih dari dua komponen terutama karena campuran yang lebih kompleks cepat mengalami perubahan-perubahan fasa-fasa terhadap perubahan-perubahan suhu.

Setelah noda dikembangkan dan divisualisasikan, identitas noda dinyatakan dengan harga  $R_f$  (Retardation Factor) yang didefinisikan sebagai rasio jarak noda terhadap titik awal dibagi jarak eluen terhadap titik awal. Secara matematis dapat ditulis:

$$R_f = l/h$$

dengan  $l$  = jarak noda dari titik awal ke titik akhir setelah proses pengembangan dan  $h$  = jarak eluen dari titik awal ke batas akhir eluen. Harga  $R_f$  berkisar antara 0-0,999. Faktor-faktor yang mempengaruhi gerakan noda dalam kromatografi lapis tipis sehingga mempengaruhi harga  $R_f$  antara lain struktur kimia senyawa yang dipisahkan, sifat penyerap, tebal dan kerapatan lapisan penyerap, pelarut (fasa gerak), derajat kejenuhan, teknik

pemisahan, jumlah cuplikan, dan suhu. Nilai  $R_f$  dapat dijadikan bukti dalam mengidentifikasi senyawa. Bila identifikasi nilai  $R_f$  memiliki nilai yang sama dengan nilai  $r_f$  standart dari senyawa tersebut maka senyawa tersebut dapat dikatakan memiliki karakteristik yang sama atau mirip. Sedangkan, bila nilai  $R_f$  berbeda, senyawa tersebut dapat dikatakan merupakan senyawa yang berbeda. Perbedaan perlakuan dalam percobaan kromatografi lapis tipis juga akan mempengaruhi nilai  $R_f$  sampel yang diidentifikasi (Parmeswaran, 2013).

### **2.5.5 Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti Proton (NMR)**

Proton (NMR) berperan dalam penetapan struktur organik. Spektroskopi NMR bekerja berdasarkan penyerapan gelombang radio oleh inti tertentu molekul organik yang berada dalam lingkungan magnet sangat kuat dan homogen. Spektroskopi NMR memberikan gambaran perbedaan sifat magnet berbagai inti yang ada dalam molekul (Supratman, 2010). Hasil pengukuran spektroskopi NMR berupa spektrum  $^1\text{H}$ -NMR yang memberikan informasi mengenai jumlah setiap jenis proton yang ada dalam suatu molekul dan sifat lingkungan dari setiap jenis proton tersebut. Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR memberikan informasi mengenai jumlah karbon yang terdapat dalam molekul dengan semua pergeseran kimianya sehingga dapat diketahui sifat lingkungannya (Hart dkk., 2003). Nilai pergeseran kimia tergantung pada lingkungan kimia suatu proton, sedangkan lingkungan kimia dari suatu proton tergantung pada besar kecilnya efek perlindungan oleh elektron-elektron di lingkungan proton tersebut (Khopkar, 1990). Pergeseran kimia yang dialami inti  $^1\text{H}$  NMR terjadi pada rentang 0-10 ppm terhadap TMS, sedangkan pergeseran kimia yang dialami inti  $^{13}\text{C}$  NMR terjadi pada rentang 0-200 ppm terhadap TMS sehingga spektrum  $^{13}\text{C}$  -NMR muncul lebih sederhana daripada spektrum  $^1\text{H}$ -NMR. Nilai pergeseran kimia pada  $^1\text{H}$ -NMR dan  $^{13}\text{C}$ -NMR dapat dilihat pada tabel 2.2 dan 2.3 (Supratman, 2010).

Tabel 2.2. Nilai pergeseran kimia pada  $^1\text{H-NMR}$ 

TMS	0	$\text{RC}=\text{CH}$	2,3 – 2,9
$\text{R-CH}_3$	0,8 – 1,2	$\text{R-CO-CH}_3$	2,0 – 2,7
$\text{R}_2\text{-CH}_2$	1,2 – 1,4	$\text{R-O-CH}_3$	3,3 – 3,9
$\text{R}_3\text{-CH}$	1,4 – 1,65	$\text{R}_2\text{C-CHR}$	4,9 – 5,9
$\text{Ph-CH}_3$	2,2 – 2,5	$\text{C}_6\text{H}_6$	6,0 – 8,0
$\text{R-CH}_2\text{-I}$	3,1 – 3,3	$\text{RCHO}$	9,4 – 10,4
$\text{R-CH}_2\text{-Br}$	3,4 – 3,6	$\text{R-COOH}$	10 – 12
$\text{R-CH}_2\text{-Cl}$	3,6 – 3,8	$\text{R-OH}$	1 – 6
$\text{R-CH}_2\text{-F}$	4,3 – 4,4	$\text{Ar-OH}$	6 – 8
$\text{R-CHCl}_2$	5,8 – 5,9	$\text{R}_2\text{NH}$	2 – 4

Tabel 2.3. Nilai pergeseran kimia pada  $^{13}\text{C-NMR}$ 

TMS	0	$\text{C} \equiv \text{C}$	75 – 95
$\text{R-CH}_3$	0 – 30	$\text{C} = \text{C}$	105 – 145
$\text{R}_2\text{-CH}_2$	20 – 45	$\text{C}$ (aromatik)	110 – 155
$\text{R}_3\text{-CH}$	30 – 60	$\text{C}$ (heteroaromatik)	105 – 165
$\text{R}_4\text{-C}$	30 – 50	$\text{C} \equiv \text{N}$	115 – 125
$\text{O-CH}_3$	50 – 60	$\text{C} = \text{O}$ (karboksilat)	155 – 185

Pada penelitian sebelumnya, data proton NMR 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol telah dilaporkan oleh Shelke dkk (2008); Marzouk dkk (2012); Sharma dkk (2012); Samsai dkk (2009) yang dirangkum dalam Tabel 2.4

Tabel 2.4. Data proton NMR 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol yang telah dilaporkan sebelumnya

(Shelke dkk, 2008)	(Marzouk dkk, 2012)	(Sharma dkk, 2012)	(Samsai dkk, 2009)
7.15-7.70 (m, 10H, Ph)	7.00-8.52 (m, 14H)	7,29-8,19 (m, 14H, Ar)	12,81 (s, 1H)
7.90-8.25 (m, 4H, Ar)	11.7 (S, NH)	10,18 (s, 1H, NH)	8,01-7,24 (m, 14H)

### 2.5.6 Uji Toksisitas Metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*)

BSLT merupakan salah satu metode screening yang dilakukan untuk mengetahui toksik suatu senyawa bahan alam (Sukardiman, 2004). Metode ini banyak digunakan dalam penelusuran senyawa bioaktif yang bersifat toksik dari bahan alam karena mudah, cepat, murah dan cukup *reproduksibel*. Beberapa senyawa bioaktif yang telah berhasil diisolasi dan aktivitasnya dimonitoring dengan metode BSLT menunjukkan adanya korelasi terhadap suatu uji spesifik antikanker.

Prinsip dari uji BSLT adalah dengan mengetahui jumlah kematian larva *Artemia salina* karena pengaruh ekstrak atau senyawa yang diberikan pada larva tersebut (McLaughlin, 1991). Senyawa uji tersebut dilarutkan dalam 2 mL metanol dengan konsentrasi 1000, 500, 100, dan 10 µg/mL. Sepuluh ekor larva udang yang telah berusia 48 jam kemudian dipindahkan dalam 4 mL air asin yang ditempatkan pada vial. Setiap konsentrasi senyawa tersebut diteteskan pada masing-masing vial dengan pengulangan uji sebanyak tiga kali. Jumlah larva udang yang mati dan yang hidup dicatat setelah 24 jam. Data jumlah larva udang yang mati dianalisis dengan lebih lanjut untuk mengetahui nilai LC<sub>50</sub>. Nilai LC<sub>50</sub> yang diperoleh dari metode BSLT mempunyai tingkat kepercayaan sebesar 95%.

Persentase kematian larva setelah 24 jam perlakuan dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ kematian larva} = \frac{\Sigma \text{ larva yang diamati}}{\Sigma \text{ larva uji}} \times 100\% \dots \dots \dots (2.1)$$

(Cahyani, 2014; Ramdhini, 2010).

## KESIMPULAN

Telah berhasil disintesis kompleks dengan metode variasi kontinu. Kompleks disintesis dari ion logam tembaga(II) dan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dengan perbandingan mol logam dan ligan adalah 1:2. Kristal kompleks yang dihasilkan berwarna hijau, dengan rendemen yang dihasilkan sebesar 57,89 %. Rumus molekul senyawa kompleks didapatkan, berdasarkan data karakterisasi dan analisis dengan spektrofotometri serapan atom, analisis unsur CHN serta analisis termogravimetri. Rumus molekul kompleks adalah  $[\text{Cu}(\text{II})-(\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{Cl})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Uji toksisitas senyawa kompleks dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* didapatkan  $\text{LC}_{50}$  sebesar 213,8 ppm.



## DAFTAR PUSTAKA

- Abdel-Wahab, Bakr F., Awad, Ghada E.A., Badria, Farid A. 2011. *Synthesis, antimicrobial, antioxidant, anti-hemolytic and cytotoxic evaluation of new imidazole-based heterocycles*. European Journal of Medicinal Chemistry 46, 1505-1511.
- Ayu Gladys. 2013. *Aktivitas dan Selektivitas Katalis  $H_2[Co(EDTA)]/MgF_2$  dengan Variasi Loading  $H_2[Co(EDTA)]$  pada Reaksi Sintesis senyawa  $\alpha$ -tokoferol*. Tesis.
- Bailar, J. C. 1946. *Coordination Chemistry*. Journal Inorganic Synthesis. 2, 222-225.
- Bath, R.T & Iyer, K.R. 1967. “*Student on EDTA Complexes-VIII Thermal Behaviour in Air and in Nitrogen Atmosphere of Some Metal-EDTA Complexes*” Journal Inorganic Nuclear Chemistry, Vol 29 Hal.179-185.
- Cahyani, Nuari W. D. 2014. *Sintesis dan uji toksisitas kompleks kobalt(II) denga ligan 2,4,5-trifenil-1H-imidazol*. Jurusan Kimia FMIPA-ITS.
- Cotton dan Wilkinson, 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. UI-Press. Jakarta.
- Clayden, J. 2005. *Organic Chemistry. Second edition*. Oxford.
- C.L. Nur dan Irmina. 2010. *Aktivitas dan selektifitas katalis  $[Ni(EDTA)]^{2-}$  berpendukung  $MgF_2$  pada sintesis vitamin E*. Thesis.
- Damayanti, Arynta dan Fahima Martak. 2015. *Sintesis Senyawa Aktif Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol*. Jurnal Sains dan Seni Pomits Vol. 1, No.1.

- Dutta, S. 2010. *Synthesis And Anthelmintic Activity Of Some Novel 2-substituted-4,5-diphenyl Imidazoles*. Acta Pharm, 60, 229-235.
- Hart, H., Craine, L. E., & Hart, D. J. (2003). *Kimia Organik Suatu Kuliah Singkat 11th ed*. Jakarta: Erlangga.
- Harmita, & Radji, M. (2006). *Buku Ajar Analisis Hayati*. Jakarta: Buku Kedokteran EGC.
- Huissan Al-Ali, K. A., (2008). *Synthesis, Characterization, and Study of Electrical Properties of Fe(III) and Al(III) Complexes of a Schiffbase*. Basrah University Department of Chemistry : Iraq.
- Inczedy, J. 1976. *Analytical Applications of Complex Equilibria*. John Wiley and Sons. Inc. New York.
- Jain, Abhishek K., Ravichandran, V., Sisodiya, Madhvi., dan Agrawal, R K. 2010. *Synthesis and antibacterial evaluation of 2-substituted-4,5-diphenyl-N-alkyl imidazole derivatives*. Asian Pasific. Journal of Tropical Medicine, 471-474.
- Juniarti, Osmeli D. And Yuhermita. 2009. *Kandungan Senyawa Kimia, Uji Toksisitas (Brine Shrimp Lethality Test) dan Antioksidan (1,1-diphenyl-2-pikrilhidrazil) dari Ekstrak Daun Saga (Abrus Precatorius L.)*. Makara Sains 13, 50– 54.
- Kalanithi, m., Rajarajan, M., Tharmaraj, P., dan Sheela, C.D., *Spectral, biological screening of metal chelates of chalcone based schiff bases of N-(3-aminopropyl) imidazol*. Spectrochimica Acta Part A 87, 155-162.
- Kounavi, Konstantina A., Manos, Manolis J., Tasiopoulos, Anastasios J., Perlepes, Spyros P., dan Nastopoulos, Vassilios. 2010. *Zinc(II) and nickel(II) benzoate*

*complexes from the use of 1-methyl-4,5-diphenylimidazole.* Bioinorganic Chemistry and Application.

Khopkar, S. M.. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta. Penerbit Universitas Indonesia.

Kleyi, P., Walmsley, R. S., Fernandes, M. A., Torto, N., & Tshentu, a. Z. (2012). *Syntheses, Characterization and Antimicrobial Activity of Silver(I) Complexes Containing 2-hydroxymethyl-N-alkylimidazole Ligands*. *Polyhedron* 41, 25-29.

Lailis, Nur C., dan Murwani, Irmina K. 2010. *Sintesis dan karakterisasi senyawa kompleks nikel(II) dengan ligan etilendiamintetraasetat (EDTA)*. Seminar Nasional Kimia, Jurusan Kimia FMIPA-ITS.

Lakshman, 2009, Early Age at Menarche Associated with Cardiovascular Disease and Mortality. *The Journal of Clinical Endocrinology & Metabolism*. Vol. 94: 4953-4960

Lee, J. D., 1994. *Concise Inorganic Chemistry*. Fourth Edition. Chapman and Hall. London.

M. Vyas, Komal. 2011. *Synthesis, characterization and crystal structure of some bidentate heterocyclic Schiff base ligands of 4-tolouyl pyrazolones and its mononuclear Cu(II) complexes*. *Journal of Molecular Structure*.

Mariappan, G., Sutharson, L., Srivastav, T.P., Kumar, D., Patangia, U., (2012). Pharmacological and Toxicological Evaluation of Some Novel 2-substitued 4,5-diphenyl Imidazole Derivatives. *Pharmacologia*, 3, 258-266.

- Martak F., Onggo D., Ismunandar and Nugroho A. (2014) Synthesis And Characterization Of  $[\text{Fe}(\text{picolinate})_3][\text{MnNi}(\text{oxalate})_3] \cdot \text{CH}_3\text{OH}$  Polymeric Complex. *Indo J Chem* 14, 311 – 314.
- Marzouk, A.A., Abbasov, V.M., Talybov, A.H., Kamel, S., (2013). Synthesis of 2,4,5-Triphenyl Imidazole Derivatives Using Diethyl Ammonium Hydrogen Phosphate as Green, Fast and Reusable Catalyst. *World Journal of Organic Chemistry*, 2013, 1, 6-10.
- Meyer, B.N., Ferrigni, N.R., Putnam, J.E., Jacobsen, L.B., Nichols, D.E., dan McLaughlin, J.L., (1982), Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituent, *Planta Medica*. 45:31-34.
- Miessler, L.G., and Tarr, A.D. 1991. *Inorganic Chemistry*. Prince Hall. New Jersey.
- Morzyk-Ociepa B., Kokot M., Różycka-Sokołowska E., Gielzak-Koćwin K., Filip-Psurska B., Wietrzyk J. and Michalska D. 2014. *Crystal structure, infrared and EPR spectra and anticancer activity in vitro of the novel manganese(II) complexes of indolecarboxylic acids*. *Polyhedron* 67, 464–470.
- Muwarni, I.K. 1994. *Senyawa Kompleks Dietilditiokarbamat dan Ditiononat studi preparasi dan Pemisahan Kromatografi Senyawa Kompleks Timah dan Timbal*. Tesis. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.
- Nakamoto, K., 1986. *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*. Third Edition. John Wiley and Sons. USA.
- N.M. Rageh, dkk., 1999. *Cobalt(II), Nickel(II), and Copper(II) Complexes with Some 5-Aminopyrazole-Containing Azo*

*Compound*. Departement of chemistry, Faculty of Science,  
South Valley University, Qena, Egypt.

Perkins, W.D. (1986). Fourier Transform-Infrared Spectroscopy. *Journal of Chemical Education*, 63, 1.

P.N. Fatma Sukardiman, R.Abdul. 2004. *Uji Praskrining aktivitas Antikanker Ekstrak Eter dan Ekstrak Metanol Marchantia planiloba Steph. Dengan Metode Uji Kematian Larva Udag dan Profil Densitometri Ekstrak Aktif*. Majalah Farmasi Airlangga.

Prakash, S., Tuli, G. D., & Madan, S. K. (2000). *Advanced Inorganic Chemistry. Volume II*. New Delhi: S. Chand And Company Ltd.

Prameswaran, Sandhya. 2013. *Quantitation estimation of Piperine, 18-beta Glycyrrhetic acid and 6-gingerol from Suryacid tablet formulation by HPLTC method*. Int. J. Res. Pharm. Sci 4(3),453-459.

Raharjo, S.B. 2003. *Synthesis and characterization of Cu(II) complexes with 1,4,8-tris(2-hydroxymethyl)-11-methyl-1,4,8,11-tetrazacyclotetradecane*. Indonesian Journal of Chemistry. 3. 70-73.

Samsai, S., Nandi, G.C., Singh, P., Singh, M.S., (2009). *L-Proline: an Efficient Catalyst for the One-pot Synthesis of 2,4,5trisubstituted and 1,2,4,5-tetrasubstituted Imidazoles*. Tetrahedron, 65, 10155–10161.

Sastroamidjojo, H., 1992. *Spektroskopi Inframerah*. Edisi 1, Liberty Yogyakarta.

Sawyer, D.T., Heineman, W.R. & Beebe, J.C. 1984. *Chemistry Experiment for Instrumental Methods*. John Willey and Sons. New York.

- Sharma, R.K., Sharma, C., Prerna. 2012. An efficient and One-pot Synthesis of Polysubstituted Imidazoles Catalyzed by  $\text{BiCl}_3$ . *Indian Journal Chemistry*, 51B, 489-1493.
- Sharma, S.D., Parasa, H., Dilip, K,. 2008. An Efficient and One-pot Synthesis of 2,4,5—trisubstituted and 1,2,4,5-tetrasubstituted Imidazoles Catalyzed by  $\text{InCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ . *Tetrahedron Letters*, 49, 2216-2220.
- Shelke, K,. Kakade, G,. Shingate, B,. Shingare, M,. 2008. *Microwave-induced One-pot Synthesis of 2,4,5-Triarylimidazoles Using Glyoxylic Acid As A Catalyst Under Solvent-Free Conditions*. *Rasayan J.Chem*, 1, 489-494.
- Sibilia, P., 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Anlysis*. Second Edition, John willey.VCH, New York.
- Smith-Keary P. F. 1988. *Genetic Elements in Escherichia coli*. London: Macmillan Molecular biology series.
- Sudjadi. 1986. *Metode Pemisahan*. Kanisius. Yogyakarta.
- Supratman, U. (2010). *Elusidasi Struktur Senyawa Organik (Metode Spektroskopi untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik)*. Bandung: Widya Pajajaran.
- Underwood, A.L. & Day, R.A. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Penerbit Erlangga. Jakarta.
- Verma, A., Sunil, J,. Deepika, S,. (2013). Imidazole: Having Versatile Biological Activies. *Journal of Chemistry Hindawi Publishing Corporation*, 12, 1-12.

- Warsi. 2015. *Sintesis 4-Hidroksi-3-Klorobenzaldehid dari p-Hidroksibenzaldehid dan gas Cl<sub>2</sub>*. Fakultas Farmasi. Universitas Ahmad Dahlan.
- Xi, N., Huang, Q., dan Liu, L. 2008. *Comprehensive Heterocyclic Chemistry III Volume 487 Imidazoles*. Amgen, Inc., Thousand Oaks, CA, USA.
- Yue, S., Li, N., Bian, J., Huo, T., and Ma., J, 2012 , Syn.met., 162, 247-256
- Zhang, Zhiqiang., He, Ren., Lei, Peng., Gao, Yan., Chi, Haijun., dan Hu, Zhizhi. 2004. *Synthesis and characterization of substituted arylimidazole derivative*. J. Mater. Sci. Technol. Vol. 20.

## BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Fitrie Dwi Lestari, dilahirkan di Surabaya, 13 Maret 1994, merupakan anak kedua dari dua bersodara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Dewi Surabaya (1998), SDN Kutisari 1 Surabaya (2000), SMPN 13 Surabaya (2009), SMAN 18 Surabaya (2012). Pada tahun 2012, penulis diterima di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui jalur SNMPTN undangan terdaftar dengan NRP 1412100004. Penulis mengambil bidang Kimia Bahan Alam dan Sintesis Senyawa Kompleks di bawah bimbingan Drs. Agus Wahyudi, M.Si dan Dr. Fahimah Martak, M.Si. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis pernah aktif dan berpartisipasi dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia ITS. Penulis juga aktif dalam kegiatan orasi prasetasi, kompetisi karya tulis ilmiah (PKM), seminar, pelatihan. Penulis pernah menempuh kegiatan Kerja Praktik di Badan Lingkungan Hidup Provinsi Jawa Timur tahun 2015. Penulis dapat dihubungi melalui [fitrie.its.chemi@gmail.com](mailto:fitrie.its.chemi@gmail.com).